فصلنامه‌ی علمی پژوهشی

علم و مهندسی سرامیک

دوره‌ی ۵، شماره‌ی ۳، پاییز ۱۳۹۵

بررسی سنتز، ریزساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت آلومینا / زیرکونیا- کبالت

فاطمه مهرپورلایقی، رحیم نقی‌زاده*، علیرضا خاوندی، حمیدرضا رضایی

دانشکده‌ی مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران

* rnaghizadeh@iust.ac.ir

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۲۳ شهریور ۱۳۹۵

پذیرش: ۳ اسفند ۱۳۹۵

کلید واژه:

کامپوزیت Al_2O_3/ZrO_2-Co، زینتر بدون فشار، احیای اسپینل، ریزساختار، استحکام خمشی

چکیده:

این تحقیق با هدف بررسی سنتز، خواص مکانیکی و ریزساختاری کامپوزیت آلومینا- زیرکونیا- کبالت صورت گرفته است. ترکیب‌های حاوی ۵، ۱۰، ۲۰ درصد حجمی از مجموع تقویت کننده‌های زیرکونیا و کبالت مورد بررسی قرار گرفتند. برای تهیه پودر کامپوزیتی از آلومینا، زیرکونیای پایدار شده جزئی و سولفات کبالت و پودر آلومینیوم استفاده شد و با کلسیناسیون در دمای ۱۱۰۰°C به مدت ۳ ساعت فاز اسپینل آلومینات کبالت حاصل گردید. سپس جهت احیای کبالت از اسپینل، پودر کلسینه شده در بستر کربن در کوره الکتریکی با دمای ۹۵۰°C به مدت ۳ ساعت قرار گرفت. نتیجه آزمون پراش اشعه ایکس حضور فازهای Al_2O_3، Co، $t\text{-}ZrO_2$ و مقدار کمی $m\text{-}ZrO_2$ را تأیید می‌کند. در مرحله بعد جهت تعیین و بررسی خواص کامپوزیت Al_2O_3/ZrO_2-Co، پودرهای کامپوزیتی با فشار ۵۰ MPa پرس تک محوره و سپس با فشار ۴۰۰ MPa پرس ایزواستاتیک سرد شدند و سپس زینتر آنها در بستر کربن به روش بدون فشار و در دماهای ۱۵۵۰ °C، ۱۶۰۰ °C و ۱۶۵۰ °C به مدت ۵ ساعت صورت گرفت. به منظور ایجاد امکان مقایسه خواص، نمونه آلومینای خالص نیز با شرایط مذکور تهیه شد. نتایج نشان داد که بیشترین مقدار چگالی نسبی برای نمونه کامپوزیتی حاوی٪ ۵ حجمی زیرکونیا و ۵٪ حجمی کبالت برابر ٪۸۳/۹ در دمای پخت ۱۶۵۰°C به دست آمد. استحکام خمشی و سختی این نمونه به ترتیب برابر ۳۲۲ MPa و ۱۱/۹۵ $MPa.m^{1/2}$ می‌باشد که نسبت به آلومینای پخته شده در همان دما برای استحکام خمشی به میزان ٪۲۰/۱۵ افزایش و سختی به میزان ٪۱۵/۹۶ کاهش یافته بود. کاهش سختی به دلیل سختی پایین فاز فلزی می‌باشد و افزایش استحکام به دلیل جلوگیری زیرکونیا و کبالت از رشد افراطی دانه‌های آلومینا رخ داده است.

۱- مقدمه

آلومینا یکی از پرکاربردترین مواد ساختاری در خانواده سرامیک‌های مهندسی است. سختی بالا، مقاومت در برابر سایش، مقاومت حرارتی و مقاومت شیمیایی، این ماده را به ماده‌ای ایده‌آل تبدیل کرده است که در بسیاری از محیط‌های خورنده از صنایع معدنی و پالایشگاه‌های نفتی، کارخانه‌های ساخت و تولید فلزات تا مهندسی شیمی وبایومتریال کاربرد دارد

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.3.7]

[۱]. از کاربردهای آلومینا می‌توان به ابزارهای برش، کاشتنی‌های دندانپزشکی، عایق‌های حرارتی، عایق‌های الکتریکی و پوشش‌های ضد سایش و خوردگی اشاره کرد[۲]. با وجود تمامی این کاربردها، چقرمگی شکست پایین آلومینا از کاربردهای آن به عنوان یک ماده ساختاری کاسته است. برای بهبود و افزایش چقرمگی شکست این سرامیک از افزودن ذرات ثانویه مختلف از فلزات، ترکیبات بین فلزی تا خود سرامیک‌ها استفاده می‌شود[۳].

ذرات زیرکونیا به عنوان یک عامل چقرمه کننده برای سرامیک‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرند و سرامیک‌های چقرمه شده با زیرکونیا (ZTCS)[1] بسیار مورد توجه قرار گرفته‌اند که از مهمترین آنها آلومینای تقویت شده با زیرکونیا (ZTA)[2] می‌باشد که به زمینه آلومینایی ذرات زیرکونیایی فاز تتراگونال یا مونوکلینیک افزوده می‌شود[۴]. در ZTA ها این موضوع ثابت شده است که افزودن فاز دوم باعث بهبود خواص مکانیکی اصلی مثل استحکام خمشی و چقرمگی شکست می‌گردد. لذا چنین پیشرفت‌هایی این ماده را کاندید مناسبی جهت کاربردهای مهندسی که نیاز به سختی بالا، مقاومت به سایش بالا و چقرمگی شکست متوسط دارند، کرده است[۵]. از طرف دیگر، فلزات به طور ذاتی از قابلیت تغییر فرم پلاستیک بالایی برخوردارند و در مناطق باز شدن ترک دچار تغییرفرم پلاستیک می‌شوند. درنتیجه باعث افزایش چقرمگی شکست می‌گردند هرچند ممکن است ویژگی دیگر این کامپوزیت‌ها مانند سختی به علت نرم‌تر بودن ماهیت فلزات نسبت به آلومینا، در مقایسه با آلومینای یکپارچه کاهش یابد. به هر حال لازم است شرایط بهینه‌ای از خواص متفاوت با توجه به کاربرد کامپوزیت مورد نظر در نظر گرفته شود[۶]. مطالعات اخیر نشان می‌دهند حضور همزمان ذرات زیرکونیا و فلز می‌تواند باعث بهبود خواص مکانیکی کامپوزیت‌های زمینه آلومینایی می‌گردد. در این راستا، مطالعاتی پیرامون کامپوزیت‌هایی همچون Al_2O_3/ZrO_2-Mo [۷]، Al_2O_3/ZrO_2-Ag [۸و۹]، Al_2O_3/ZrO_2-Ni [۱۰و۱۱] صورت گرفته است. از جمله خواصی که در این مطالعات مورد بررسی قرار گرفته‌اند می‌توان استحکام، چقرمگی شکست، سختی و مقاومت به اکسیداسیون را نام برد. در مطالعات فوق، افزایش استحکام و چقرمگی کامپوزیت تقویت شده با ذرات زیرکونیا و فلز در مقایسه با آلومینای تک فاز مشاهده شده است. سختی این کامپوزیت‌ها با توجه به پایین‌تر بودن سختی زیرکونیا و فلزات نسبت به آلومینا، کاهش یافته است و همچنین مقاومت به اکسیداسیون ذاتی آلومینا در اثر افزوده شدن ذرات فلزی و زیرکونیا کاهش می‌یابد.

تنظیم درصد بهینه زیرکونیا و کبالت، نحوه توزیع کبالت، نحوه ایجاد کبالت از روش احیای اسپینل مربوطه از نکات اساسی برای رسیدن به ریزساختار مطلوب و در نتیجه افزایش خواص مکانیکی همچون استحکام و چقرمگی و جلوگیری از کاهش شدید سختی می‌باشد. از طرف دیگر بیشتر مطاللعات انجام شده بر روی پرس گرم یا زینتر پلاسمای حرارتی کامپوزیت‌های فوق متمرکز می‌باشد و اطلاعات مناسبی برای زینتر بدون فشار این کامپوزیت وجود ندارد. هدف از این تحقیق تنظیم بهینه ریزساختار از طریق روش مناسب احیا و انتخاب درصد بهینه زیرکونیا و کبالت و زینتر بدون فشار آن‌ها می‌باشد.

[1] Zirconia Toughened Ceramics
[2] Zirconia Toughened Alumina

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.3.7]

۲- فعالیت‌های تجربی

۲-۱- سنتز پودر کامپوزیتی Al_2O_3/ZrO_2-Co

به منظور بررسی سنتز و خواص کامپوزیت Al_2O_3/ZrO_2-Co، درصدهای مختلفی از تقویت کننده‌های مذکور در نمونه‌های مورد آزمایش در نظر گرفته شد. مقادیر مواد اولیه مورد نیاز با توجه به درصدهای حجمی مطلوب و دانسیته‌های مواد مورد استفاده محاسبه گردید. مواد اولیه مورد استفاده آلومینای راکتیو (اندازه دانه ۲μm، خلوص ۹۹/۸٪، شرکت alteo، کشور فرانسه)، زیرکونیای پایدار شده جزئی با ایتریا (اندازه دانه ۵μm، خلوص ۹۷/۵٪، کشور ژاپن)، سولفات کبالت جهت تأمین کبالت (خلوص ۹۹/۵٪، کشور چین) می‌باشند. جهت محاسبات لازم، دانسیته آلومینا $3/98 gr/cm^3$، زیرکونیا $5/68 gr/cm^3$ و کبالت $8/9 gr/cm^3$ درنظر گرفته شد. در جدول ۱ مقادیر مواد اولیه مصرفی در بچ ۱۰۰ گرمی باتوجه به درصد حجمی مطلوب ارائه شده است. لازم به ذکر است که در مرحله‌ی احیای کبالت از ساختار اسپینل، به منظور تسهیل فرایند احیا از پودر آلومینیوم استفاده شد که در محاسبات لازم، مقادیر وزنی آن نیز گزارش شده است.

جهت کد گذاری نمونه‌ها به ترتیب از حروف C، Z، A به ترتیب به عنوان نشان دهنده حضور آلومینا، زیرکونیا و کبالت در ترکیب کامپوزیت مورد نظر استفاده شده است. برای مثال کد ACZ5 نماینده کامپوزیت حاوی 90 vol.%Al_2O_3 /5 vol.%ZrO_2 –5 vol.%Co که عدد انتهایی مقدار درصد حجمی هر یک از تقویت کننده‌ها را نشان می‌دهد. در ضمن جهت ایجاد تمایز بین نمونه‌های با ترکیب مشابه زینتر شده در دماهای متفاوت، در قسمت انتهایی کد مربوط به هر نمونه، دمای زینتر آن نوشته شده است.

جدول ۱- مقادیر مواد اولیه مصرفی در بچ ۱۰۰ گرمی ترکیب‌های کامپوزیتی مورد مطالعه

کد ترکیب	درصد حجمی			درصد وزنی			مقدار آلومینا (g)	مقدار زیرکونیا (g)	مقدار سولفات کبالت (g)	مقدار کمک احیای آلومینیوم (g)
	Co	ZrO_2	Al_2O_3	Co	ZrO_2	Al_2O_3				
A	۰	۰	۱۰۰	۰	۰	۱۰۰	۱۰۰	---	---	---
ACZ2.5	۲/۵	۲/۵	۹۵	۵/۳۷	۳/۴۲	۹۱/۲۱	۸۷/۰۷	۳/۴۲	۲۵/۶۳	۲/۱۹
ACZ5	۵	۵	۹۰	۱۰/۳۲	۶/۵۹	۸۳/۰۹	۷۵/۱۴	۶/۵۹	۴۹/۲۴	۴/۲
ACZ10	۱۰	۱۰	۸۰	۱۹/۱۷	۱۲/۲۴	۶۸/۵۹	۵۸/۸۳	۱۲/۲۳	۹۱/۴۷	۷/۸۱

بعد از توزین مواد اولیه(به جز پودر Al) با توجه به محاسبات صورت گرفته، مخلوط‌سازی تر پودرها در اتانول با استفاده از جارمیل پلاستیکی و گلوله‌های آلومینایی به مدت ۴ ساعت صورت گرفت. سپس جهت مخلوط سازی بیشتر و همچنین تبخیر اتانول موجود، نمونه‌ها به مدت ۴ ساعت روی همزن مغناطیسی قرار داده شدند تا در نهایت به مخلوطی هموژن از پودرهای اولیه دست یافته شد که بعد از عبور از الک مناسب جهت مرحله کلسیناسیون آماده گردید. در ادامه ترکیبات آماده شده در کوره الکتریکی آذر و اتمسفر هوا در دمای 1100^oC به مدت ۳ ساعت به منظور تشکیل فاز

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.3.7]

اسپینل قرار داده شدند و در نهایت با انجام آزمون پراش اشعه ایکس از کلیه نمونه‌ها تشکیل این فاز اثبات گردید. برای تهیه پودر کامپوزیتی، پودر کلسینه شده حاوی آلومینا، اسپینل آلومینات کبالت و زیرکونیا با کمک احیای آلومینیوم مخلوط شد و سپس تحت احیای بستر کربنی قرار گرفت. شیوه انجام کار بدین صورت بود که پودر کلسینه شده حاوی Al درون بوته آلومینایی با حجم ml ۲۰ ریخته شد و دربوته با استفاده از کائولن کاملاً بسته شد. سپس بوته کوچک در بوته بزرگتر با حجم ml ۱۰۰ حاوی کربن اکتیو قرار داده در بستر کربن دفن شد و در انتها لایه‌ای از آلومینای کلسینه شده روی بستر کربن ریخته و درب بوته یا ساگار مورد استفاده با استفاده از کائولن بسته و به اینصورت ایزوله گردید. نمونه‌های قرار داده شده در بستر کک درون کوره الکتریکی با دمای ۹۵۰°C و نرخ گرمایش ۵°C/min به مدت ۶ ساعت قرار داده شدند. پس از انجام عملیات احیا، جهت حصول اطمینان از احیای کامل پودرها، از کلیه نمونه‌ها آزمون پراش اشعه ایکس گرفته شد.

۲-۲- ساخت بدنه کامپوزیتی

به منظور آماده سازی نمونه‌ها جهت زینتر بدون فشار، از پودر کامپوزیتی Al_2O_3/ZrO_2-Co تهیه شده از مرحله احیا قرص‌هایی تهیه شد. بدین صورت که به پودر کامپوزیتی تهیه شده، ۵٪ محلول چسب PVA (95%H_2O,5%PVA) افزوده و به خوبی مخلوط شدند. سپس مخلوط آماده شده به مدت ۲۴ ساعت درون کیسه نایلونی نگهداری شد تا فرایند پیرسازی (aging) به خوبی صورت گیرد. در نهایت برای تهیه هر قرص ۱۵ گرم از مخلوط آماده شده درون قالب فلزی با قطر mm ۳۵ ریخته شد و بااستفاده از دستگاه پرس یکطرفه با فشار اعمالی ۵۰MPa قرص‌هایی با ضخامت حدود mm ۵ آماده گردید. سپس قرص‌های حاصل تحت پرس ایزواستاتیک سرد (CIP)[1] با فشار MPa ۴۰۰ قرار گرفتند.

عملیات حرارتی زینتر بدون فشار، همانند مرحله احیا در بستر کربن صورت گرفت. به این منظور قرص‌های آماده شده از کلیه ترکیبات در بوته آلومینایی با حجم ml ۱۰۰ درون بستر کک دفن شده و در کوره الکتریکی قرار داده شدند. جهت بررسی تأثیر دما روی زینترینگ نمونه‌ها، تمامی قرص‌ها در سه دمای ۱۵۵۰°C، ۱۶۰۰°C، ۱۶۵۰°C با نرخ گرمایش ۵°C/min به مدت ۵ ساعت زینتر شدند. در ادامه با اندازه‌گیری چگالی قرص‌ها با استفاده از روش ارشمیدس، نمونه‌های با بالاترین چگالی از هر ترکیب جهت مشاهدات فازی و میکروساختاری و همچنین اندازه‌گیری و بررسی خواص دیگر همچون استحکام خمشی و میکروسختی در نظر گرفته شدند. مشاهدات فازی با استفاده از دستگاه پراش اشعه ایکس مدل JDX.8030 ساخت شرکت JEOL با لامپ Cukα، بررسی‌های میکروساختاری با استفاده از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی TESCAN \\VEGA و استحکام خمشی با استفاده از دستگاه استحکام خمشی سه نقطه‌ای ساخت شرکت صنتام و میکروسختی ویکرز نمونه‌ها با استفاده از دستگاه میکروسختی سنجی bareiss–Germany تحت بار ۱۰Kg بررسی شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی فازی نمونه‌ها

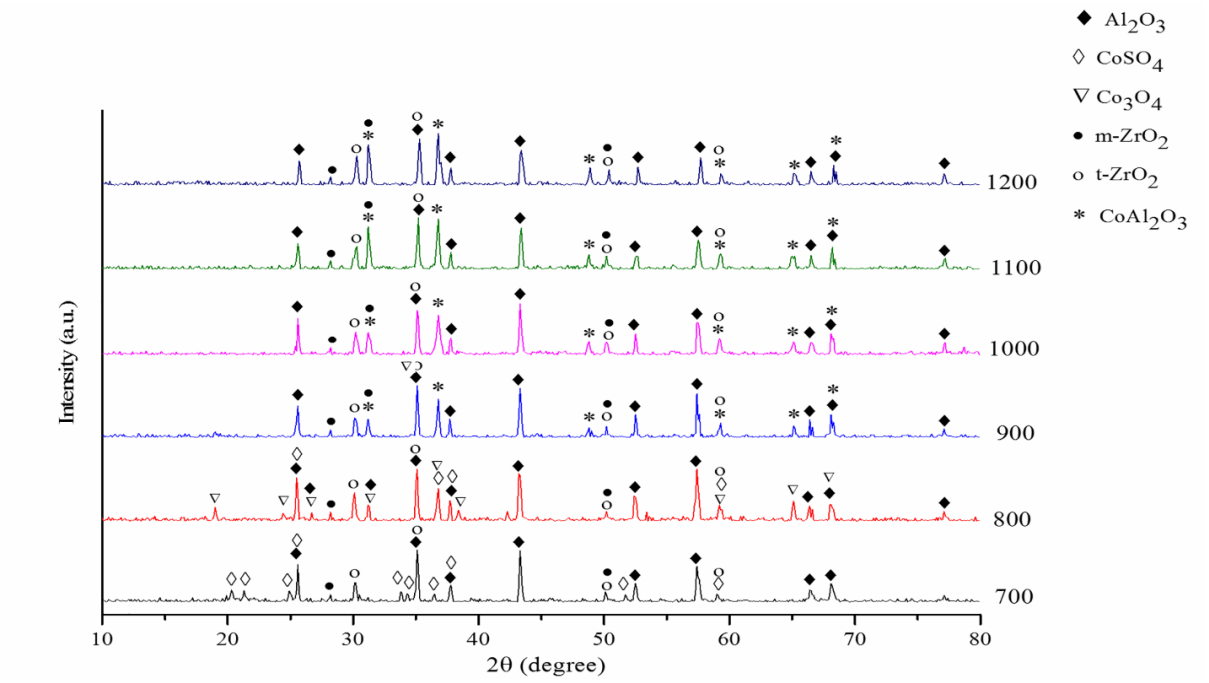
به منظور دستیابی به ریزساختاری هموژن و یکنواخت لازم

[1] Cold Isostatic Press

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.3.7]

است کبالت از فاز پایداری همچون اسپینل احیا گردد. در این راستا پیدا کردن بهترین دما برای تشکیل فاز اسپینل آلومینات کبالت از اولویت‌های این پژوهش بود. اسپینل آلومینات کبالت با استفاده از روش‌های سنتی شامل بال میل کردن مواد و واکنش حالت جامد مخلوط‌های متفاوت از ترکیبات کبالت و آلومینیوم در دماهای حدود ۱۱۰۰°C به دست می‌آید [۱۲]. جهت در نظر گرفتن شرایط کوره و سایر پارامترهای مؤثر، یافتن دمای بهینه برای تشکیل این فاز، نمونه‌هایی با ترکیب 90vol.% Al_2O_3/5vol.%Co-5vol.%ZrO_2 بعد از انجام عملیات هموژن سازی، در کوره الکتریکی با دماهای ۷۰۰°C، ۸۰۰°C، ۹۰۰°C، ۱۰۰۰°C، ۱۱۰۰°C، ۱۲۰۰°C به مدت ۳ ساعت قرار داده شدند و سپس برای کلیه نمونه‌ها آزمون پراش اشعه ایکس صورت گرفت که نتایج آنها در شکل ۱ ارائه شده است.



شکل ۱- مقایسه الگوهای پراش اشعه ایکس مربوط به ترکیب 90vol. % Al_2O_3/5vol.%ZrO_2-5vol. %Co **پس از حرارت دادن در دماهای متفاوت به مدت ۳ ساعت در اتمسفر معمولی**

طبق نتایج آنالیز XRD صورت گرفته، در دمای ۷۰۰°C پیک‌های مربوط به سولفات کبالت ($CoSO_4$) مشاهده می‌شود که با افزایش دما تا دمای ۸۰۰°C فاز مذکور از بین رفته و اکسید کبالت (Co_3O_4) حاصل می‌گردد. در ادامه در دماهای بالاتر از ۹۰۰°C اکسید کبالت مشاهده نشده و حضور اسپینل آلومینات کبالت ($CoAl_2O_4$) تأیید می‌گردد.

در واقع در شرایطی که سولفات کبالت تجزیه حرارتی می‌شود، محصول جامد واکنش می‌تواند CoO و یا Co_3O_4 باشد. اکسید اول در شرایط دماهای بالاتر و فشار اکسیژن کمتر و اکسید دوم در شرایط دماهای پایین‌تر و فشار اکسیژن بیشتر به وجود می‌آید. واکنش‌های صورت گرفته به صورت زیر خواهند بود[۱۳]:

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.3.7]

$$CoSO_4(s) \rightarrow CoO(s)+SO_{3(s)} \quad (۱)$$

$$SO_3(g) \rightarrow SO_2(g)+{}^1/_2O_2(g) \quad (۲)$$

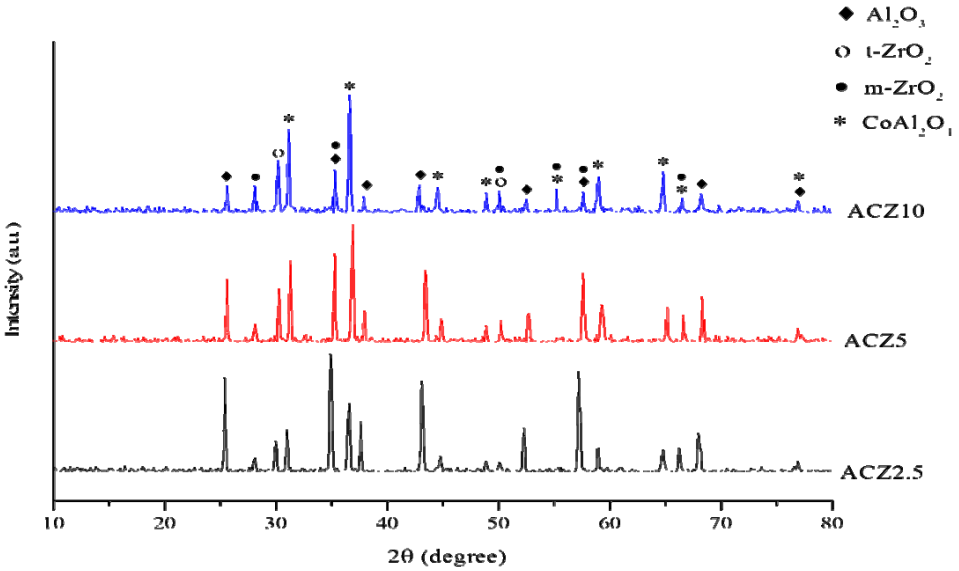
$$3CoO(s)+{}^1/_2O_2(g) \rightarrow Co_3O_4(s) \quad (۳)$$

$$3CoSO_4(s) \rightarrow Co_3O_4(s)+3SO_2(g)+O_2(g) \quad (۴)$$

در نهایت Co_3O_4 محصول نهایی تجزیه $CoSO_4$ است که در اثر اکسیداسیون سریع CoO به Co_3O_4 در اتمسفر هوا بوجود می‌آید[۱۴]. در واقع در شرایط به وقوع پیوستن واکنش ۱، واکنش‌های ۲ و ۳ هم در ادامه رخ خواهند داد. باتوجه به پایدار بودن اکسید CoO در دماهای بالاتر، با افزایش دما تا حدود ۹۰۰°C، Co_3O_4 به CoO تبدیل شده و شرایط ایجاد اسپینل آلومینات کبالت مهیا می‌گردد و در نهایت طبق واکنش (۵) فاز اسپینل تشکیل می‌شود[۱۵].

$$CoO(s)+Al_2O_3(s) \rightarrow CoAl_2O_4(s) \quad (۴)$$

با توجه به اینکه در شدت پیک‌های اسپینل آلومینات کبالت در دماهای ۱۱۰۰°C و ۱۲۰۰°C افزایش چندانی مشاهده نمی‌گردد، دمای ۱۱۰۰°C به عنوان دمای بهینه برای تشکیل این فاز انتخاب گردید. در نتیجه کلیه نمونه‌های مورد آزمایش تحت عملیات کلسیناسیون در دمای ۱۱۰۰°C در اتمسفر هوا به مدت ۳ ساعت قرار گرفتند و سپس به منظور بررسی فازهای تشکیل شده، آزمون پراش اشعه ایکس صورت گرفت. در شکل ۲ نتایج این آزمون ارائه شده است. با توجه به شکل ۲ در کلیه نمونه‌ها پس از کلسیناسیون فاز کوراندوم، اسپینل آلومینات کبالت، زیرکونیای تتراگونال و مقدار کمی زیرکونیای مونوکلینیک وجود دارند و هیچگونه پیکی مربوط به اکسیدهای کبالت مشاهده نمی‌گردد. به علاوه همانگونه که انتظار می‌رود با افزایش درصد تقویت کننده‌های کبالت و زیرکونیا در ترکیب شیمیایی نمونه‌ها، شدت نسبی پیک‌های مربوط به فاز اسپینل کبالت و زیرکونیای تتراگونال و مونوکلینیک افزایش یافته است.

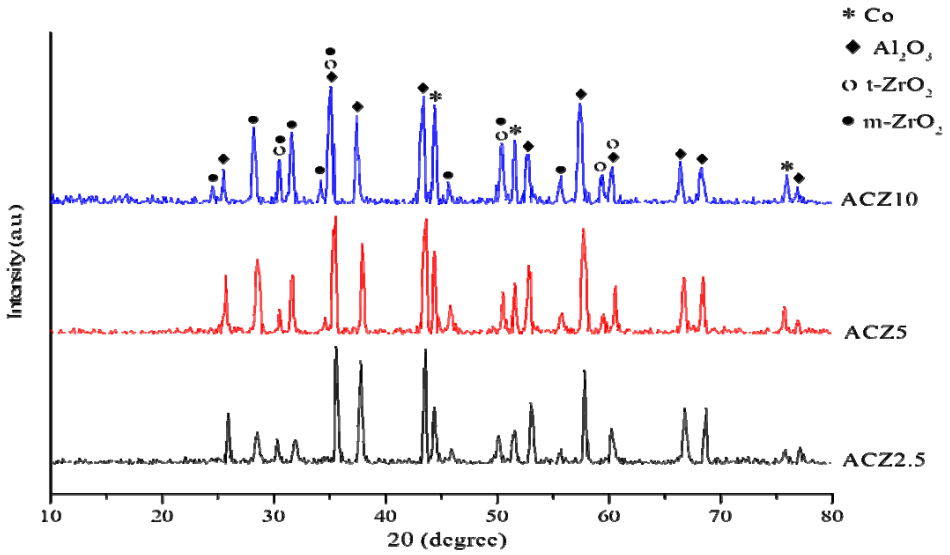


شکل ۲- الگوهای آزمون پراش اشعه ایکس برای نمونه‌های کلسینه شده در دمای ۱۱۰۰°C به مدت ۳ ساعت در اتمسفر معمولی

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.3.7]

با توجه به اینکه پس از تشکیل فاز اسپینل، عملیات احیای کبالت در دمای ۹۵۰°C در بستر کربن و سپس زینتر نمونه‌ها در دماهای متفاوت و مجدداً در بستر کربن صورت گرفت، انجام آزمون پراش اشعه ایکس در هر مرحله به منظور حصول اطمینان از وجود کبالت فلزی در ترکیب نمونه‌ها الزامی می‌باشد. در شکل ۳ نتایج آزمون پراش اشعه ایکس برای قرص‌های زینتر شده نهایی در دمای ۱۶۵۰°C ارائه شده است.



شکل ۳- الگوهای آزمون پراش اشعه ایکس برای نمونه‌های زینتر شده در دمای ۱۶۵۰°C در بستر کربن به مدت ۵ ساعت

با توجه الگوی XRD ارائه شده، وجود کبالت فلزی، کوراندوم، زیرکونیای تتراگونال و مونوکلینیک مشاهده می‌گردد که نشان‌دهنده احیای موفق کبالت با استفاده از بستر کربن می‌باشد. افزایش شدت نسبی پیک مربوط به کبالت فلزی در نمونه ACZ10 نسبت به دو نمونه دیگر به علت بیشتر بودن مقدار تقویت کننده کبالت در ترکیب شیمیایی این نمونه قابل مشاهده است. ضمناً عدم شناسایی اکسیدهای کبالت نشان می‌دهد در مرحله زینتر نیز مقدار اکسیژن موجود در اتمسفر بستر کربن بسیار ناچیز بوده و امکان اکسیدشدن کبالت در حدی که قابل شناسایی با آزمون پراش اشعه ایکس باشد، فراهم نبوده است. نکته حائز اهمیت دیگر افزایش شدت نسبی پیک‌های مربوط به زیرکونیای مونوکلینیک نسبت به مرحله کلسیناسیون می‌باشد. لازم به یادآوری است که زیرکونیای مورد استفاده در این تحقیق، زیرکونیای پایدار شده جزئی (PSZ)[1] بود که درواقع حاوی مقدار زیادی زیرکونیای تتراگونال و اندکی مونوکلینیک می‌باشد. در این نوع زیرکونیا وجود مقادیری از اکسیدپایدارکننده (Y_2O_3) می‌تواند باعث عدم بروز یا به تعویق انداختن استحاله تتراگونال به مونوکلینیک گردد. ولی

[1] Partially Stabilized Zirconia

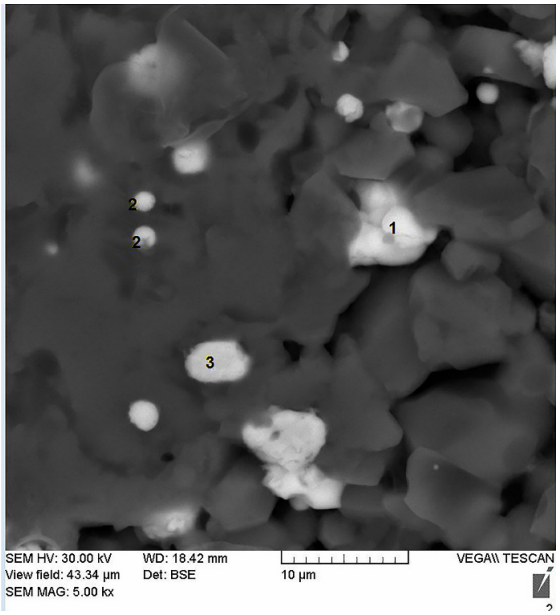
[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.3.7]

برای اطمینان حاصل کردن از پایداری فاز تتراگونال در دمای اتاق، سایز ذرات زیرکونیا باید از یک مقدار بحرانی کوچکتر باشد[۱۶و ۱۷]. با توجه به اینکه در زینتر بدون فشار، رشد دانه تقریباً امری اجتناب ناپذیر است، امکان درشت تر شدن برخی از ذرات زیرکونیا از اندازه بحرانی پایدار ماندن فاز تتراگونال وجود دارد. بنابراین شرایط وقوع استحاله تتراگونال به مونوکلینیک به وجود آمده و دلیل بیشتر شدن شدت پیک‌های فاز مونوکلینیک توجیه می‌گردد.

۳-۲- مشاهدات ریزساختاری

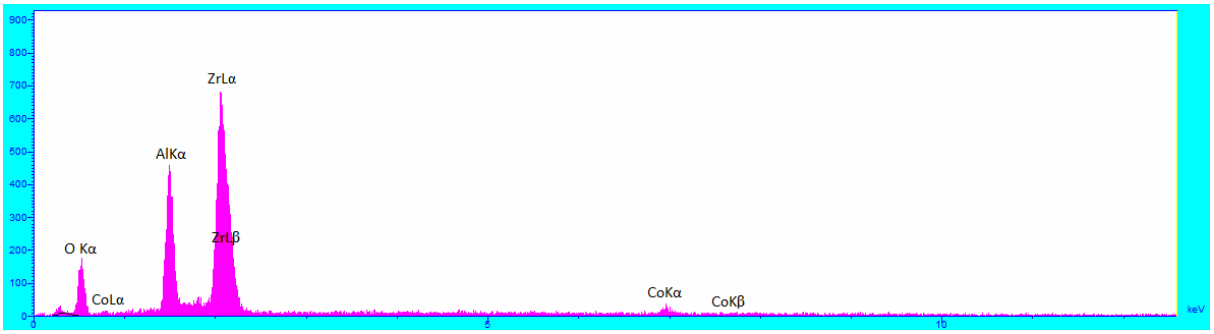
جهت مطالعات ریزساختاری نمونه‌ها از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)[1] و طیف سنجی تفکیک انرژی (EDS)[2] استفاده شد. در شکل ۴ تصویر SEM تهیه شده از نمونه ACZ5-P1650 نشان شده است. با توجه به اعداد اتمی عناصر Al، Co و Zr انتظار می‌رود که مناطق خاکستری رنگ مربوط به آلومینا و مناطق روشن مربوط به کبالت و زیرکونیا باشند، لذا جهت ایجاد تمایز بین این دو، از برخی از این مناطق طیف سنجی تفکیک انرژی تهیه شد که در ادامه ارائه می‌شود.



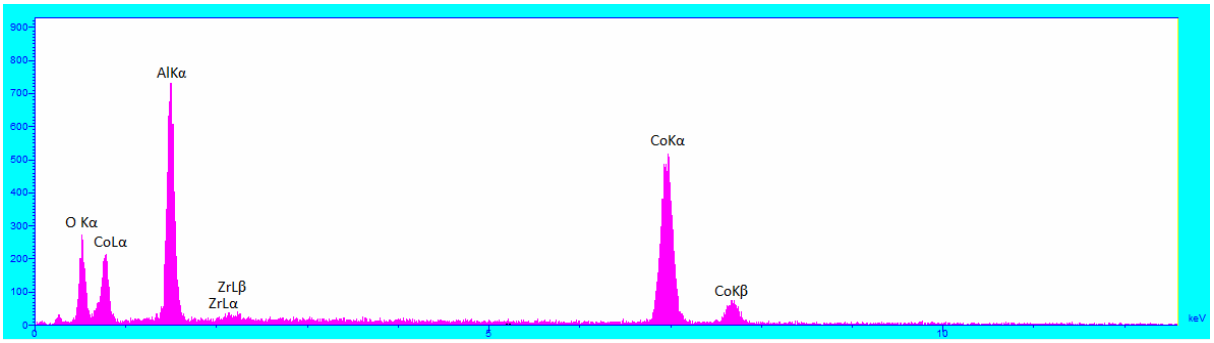
شکل ۴- تصویر میکروسکوپ االکترونی تهیه شده از تهیه شده از ترکیب $90vol.\%Al_2O_3/5vol.\%ZrO_2$-$5vol.\%Co$ **زینتر شده در دمای ۱۶۵۰°C**

[1] Scanning Electron Microscopy
[2] Energy Dispersive Spectroscopy

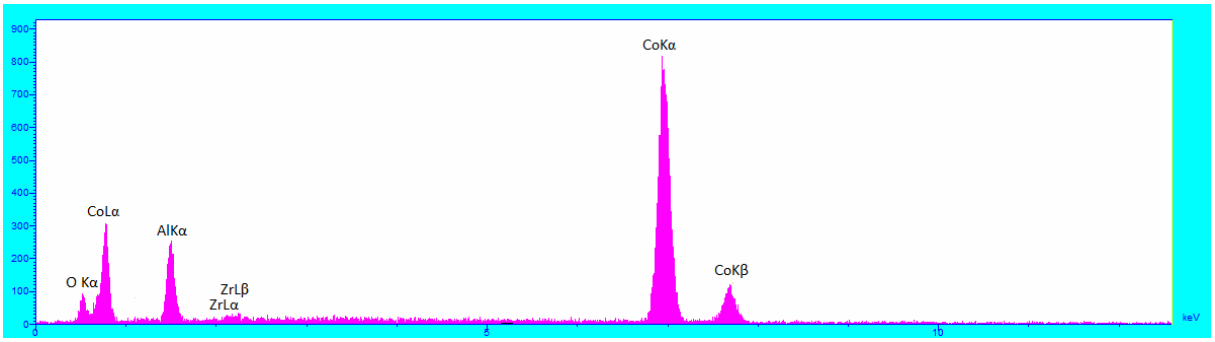
[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.3.7]



شکل ۵- طیف سنجی تفکیک انرژی مربوط به نقطه شماره ۱ مشخص شده در تصویر ۴



شکل ۶- طیف سنجی تفکیک انرژی مربوط به نقطه شماره ۲ مشخص شده در تصویر ۴



شکل ۷- طیف سنجی تفکیک انرژی مربوط به نقطه شماره ۳ مشخص شده در تصویر ۴

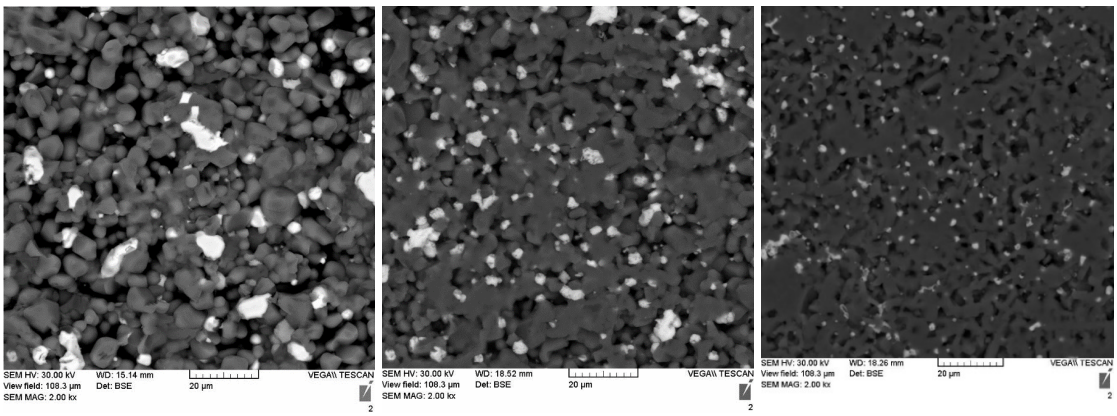
طبق نتایج آزمون EDS منطقه شماره ۱ مربوط به زیرکونیا و مناطق شماره ۲ و۳ مربوط به کبالت می‌باشند. همانگونه که در تصویر مشخص است ذرات کبالت مورفولوژی نسبتاً کروی شکل دارند که نشان دهنده قابلیت ترشوندگی ضعیف این ذرات در زمینه آلومینایی می‌باشد[۱۸].

در شکل ۸ تصاویر SEM از ترکیب‌های مورد آزمایش از کامپوزیت Al_2O_3/ZrO_2-Co با بزرگنمایی یکسان جهت مقایسه میکروساختارها ارائه شده است. همانگونه که در تصاویر مشخص است، در مقادیر پایین تقویت کننده‌ها، توزیع یکنواختی از ذرات کبالت و زیرکونیا در زمینه

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.3.7]

آلومینایی مشاهده می‌گردد که ذرات زیرکونیایی با توجه به تایید وقوع استحاله تتراگونال به مونوکلینیک طبق آنالیز XRD ارائه شده در شکل شماره ۳، عمدتاً از نوع زیرکونیای مونوکلینیک می‌باشند. با افزایش مقدار تقویت کننده های افزوده شده مشاهده می گردد که رشد و به هم آمیختگی ذرات کبالت رخ می‌دهد که به دلیل احتمال بیشتر به هم پیوستن ذرات کبالت به هم تحت فشار ذرات دیگر و یا ذوب موضعی آنها می‌باشد[۱۸و۱۹]. که این موضوع با مقایسه تصاویر ارائه شده به وضوح مشخص می‌باشد. این تجمع ذرات کبالت که در مقادیر بالاتر کبالت رخ می‌دهد، برای زینتر شدن کامپوزیت مضر می‌باشد که چنین موضوعی در مورد کامپوزیت Al_2O_3/Ni نیز گزارش شده است[۲۰].



الف ب ج

شکل ۸- تصاویر میکروسکوپ از نمونه‌های (الف): ACZ2.5-1650 **(ب):** ACZ5-1650 **(ج):** ACZ10-1650

همچنین از آنجاییکه ضریب انبساط حرارتی کبالت بیشتر از ضریب انبساط حرارتی آلومینا می‌باشد ($Co\alpha=۱۳/۳۶\times۱۰^{-۶}{}^{o}C^{-۱}$) و ($Al_2O_3\alpha= ۸/۴\times۱۰^{-۶}{}^{o}C^{-۱}$) [۲۱]، در حین سرد شدن از دمای زینتر، ذرات کبالت انقباض بیشتری نسبت به ذرات آلومینای زمینه دارند و در نتیجه در فصل مشترک آلومینا و نیکل تخلخل‌هایی ایجاد می‌شود[۲۰]. البته احتمال وجود لایه واسط بسیار نازکی از اسپینل آلومینات کبالت یا اکسیدهای کبالت مابین آلومینا و کبالت فلزی نیز وجود دارد که برای آشکار شدن آن نیاز به میکروسکوپ‌های عبوری می‌باشد.

۳-۳- بررسی خواص فیزیکی و مکانیکی

۳-۳-۱- چگالی

در جدول ۲ چگالی نسبی کلیه نمونه‌های کامپوزیتی ارائه شده است. همانگونه که مشخص است با افزایش دمای زینتر، چگالی نسبی نمونه‌ها افزایش می‌یابد و نمونه‌های زینتر شده در دمای $۱۶۵۰^{o}C$ از بالاترین چگالی برخوردار می‌باشند. از بین نمونه‌های کامپوزیتی ترکیب $90vol.\%Al_2O_3/5vol.\%ZrO_2$-$5vol.\%Co$ به بالاترین مقدار چگالی رسید که به عنوان ترکیب بهینه از نظر چگالی معرفی می‌شود. ولی از آنجایی‌که ترشوندگی آلومینا با کبالت مذاب کم است (زاویه ترشوندگی $۱۲۸/۲۰^{o}$ در دمای

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.3.7]

۱۶۱۵ºC)، کبالت مذاب، فاز مایع مناسبی به عنوان کمک زینتر محسوب نمی‌شود[۲۲]. ولی به هر حال با افزایش دمای زینتر نسبت به نقطه ذوب کبالت، به دلیل سیالیت بیشتر کبالت مذاب در مرزدانه‌ها، انتظار زینتر شدن بهتر در دمای ۱۶۵۰ºC می‌رود که مطابق با نتایج به دست آمده است.

جدول ۲- چگالی نسبی و تخلخل نمونه‌های زینتر شده در دماهای متفاوت

کد نمونه	چگالی نسبی (٪TD)	تخلخل باز(٪)
ACZ2.5-1550	۷۰/۶	۲۷/۶
ACZ2.5-1600	۷۵/۷	۱۸/۹
ACZ2.5-1650	۸۰/۱	۱۸/۲
ACZ5-1550	۷۲/۹	۲۰/۹
ACZ5-1600	۷۶/۸	۱۵/۲
ACZ5-1650	۸۳/۹	۱۳/۱
ACZ10-1550	۶۸/۸	۲۴/۰
ACZ10-1600	۶۹/۴	۲۳/۰
ACZ10-1650	۷۱/۴	۲۲/۱
A-1550	۸۱/۴	۱۸/۱
A-1600	۸۷/۴	۱۰/۷
A-1650	۹۰/۵	۶/۶

۳-۳-۲- استحکام خمشی

با توجه به اینکه چگالی نسبی نمونه‌های زینتر شده در دمای ۱۶۵۰ºCنسبت به بقیه بالاتر بودند، تنها از این نمونه‌ها آزمون استحکام خمشی سه نقطه‌ای گرفته شد. نتایج حاصل از این آزمون در جدول ۳ ارائه شده است. طبق این نتایج، بین نمونه‌های کامپوزیتی مورد آزمایش، استحکام نمونه با ترکیب 90vol.%Al_2O_3/5vol.%ZrO_2 -5vol.%Co (کد ACZ5-1650) از استحکام نمونه آلومینای یکپارچه تهیه شده با روش مشابه بیشتر می‌باشد. همانگونه که در تحقیقات پیشین نیز ذکر شده است[۱۱] ، حضور تقویت کننده‌های افزوده شده در مرزدانه‌های آلومینای زمینه مانع از رشد دانه آلومینا و بهبود ریزساختار می‌گردد. طبق تحقیق چن و همکارانش [۱۱] استحکام Al_2O_3 در اثر اضافه شدن ذرات ZrO_2 و Ni و یا هر دو آنها افزایش می‌یابد. در این مقاله چگالی نسبی و استحکام نمونه با ترکیب 90vol.%Al_2O_3/5vol.%ZrO_2-5vol.%Ni به ترتیب ۹۹/۷ و ۴۷۵ MPa گزارش شده‌اند که این افزایش استحکام به بهبود ریزساختار در اثر افزوده شدن تقویت کننده‌ها نسبت داده می‌شود. پایین تر بودم مقادیر استحکام به‌دست آمده از نمونه‌های مورد تحقیق ما را می توان به علت پایین تر بودن چگالی نسبی این نمونه‌ها نسبت به نمونه‌های مرجع شماره [۱۱] توجیه نمود.

جدول ۳- چگالی نسبی، استحکام خمشی و سختی نمونه‌های زینتر شده در دمای ۱۶۵۰ºC

کد نمونه	چگالی نسبی (٪TD)	استحکام (MPa)	سختی ($MPa.m^{1/2}$)
ACZ2.5-1650	۸۰/۱	۲۳۰ ±۱۷	۱۰/۲۸
ACZ5-1650	۸۳/۹	۳۲۲ ±۳۱	۱۱/۹۵
ACZ10-1650	۷۱/۴	۲۲۳ ±۲۷	۸/۷۲
A-1650	۹۰/۴	۲۶۸ ±۲۷	۱۴/۲۲

۳-۳-۳- سختی

نتایج حاصل از آزمون میکروسختی سنجی ویکرز برای نمونه‌های زینتر شده در دمای ۱۶۵۰ºC در جدول شماره ۳ ارائه شده است. همانگونه که نتایج نشان می‌دهد، سختی آلومینای خالص در اثر افزوده شدن ذرات تقویت کننده کاهش می‌یابد که این امر در توافق با مطالعات پیشین است.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.3.7]

چرا که در مواد سرامیکی تقویت شده با فلزات، با افزایش مقدار فاز فلزی، سختی کامپوزیت کاهش می‌یابد که این امر با توجه به نرم‌تر بودن فاز فلزی توجیه می‌گردد[۲۳]. به علاوه با توجه به پایین تر بودن سختی زیرکونیای تتراگونال نسبت به آلومینا، سختی زمینه آلومینایی در اثر کامپوزیت شدن با ذرات زیرکونیا و فلزات کاهش می‌یابد [۲۴]. از طرفی طبق تحقیقات پیشین مقدار سختی به صورت تابع نمایی با افزایش تخلخل کاهش می‌یابد و در نتیجه چگالی نسبی مهمترین پارامتر در کنترل سختی است و با دستیابی به چگالی‌های بالا، در کامپوزیت‌های آلومینا – فلز هم می‌توان تا حدود زیادی سختی آلومینا را حفظ نمود[۲۳]. این موضوع در نتایج حاصل از این پروژه نیز مشاهده می‌گردد.

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش پودر کامپوزیتی Al_2O_3/ZrO_2-Co از طریق مخلوط‌سازی تر مواد اولیه و تشکیل فاز اسپینل در دمای ۱۱۰۰°C و در نهایت احیای کبالت از ساختار اسپینل به کمک آلومینیوم افزوده شده و در بستر کربن و دمای ۹۵۰°C ساعت سنتز شد. زینتر نمونه‌ها به روش بدون فشار در دماهای ۱۵۵۰°C، ۱۶۰۰°C، ۱۶۵۰°C صورت گرفت.

طبق نتایج حاصل از این تحقیق، پس از کلسیناسیون پودرها در دمای ۱۱۰۰°C، وجود آلومینا، زیرکونیا و اسپینل آلومینات کبالت تأیید شد و با احیا در بستر کک در دمای ۹۵۰°C، پودر حاوی آلومینا، زیرکونیا و اسپینل کبالت به پودر کامپوزیتی شامل آلومینا، زیرکونیا وکبالت تبدیل شد و در نهایت نتایج آزمون XRD از نمونه‌های احیا و زینتر شده در دماهای مختلف، نشان داد قرار داده شدن نمونه‌ها در بستر کک در حین زینتر مانع از اکسیداسیون نمونه‌ها و ایجاد فازهای اکسید کبالت در حد دقت شناسایی آزمون پراش اشعه ایکس شده است. مشاهدات میکروساختاری نمونه‌های با درصدهای پایین تقویت کننده، توزیع نسبتاً یکنواخت ذرات تقویت کننده را در زمینه آلومینایی نشان داد که ذرات کبالت و زیرکونیا بیشتر در مرزدانه‌ها و مناطق سه‌گانه دانه‌ها قرارگرفته‌اند و با افزایش درصد کبالت، تجمع ذرات کبالت باعث توزیع غیریکنواخت ذرات تقویت کننده در زمینه گردیده است. بررسی چگالی نسبی نمونه‌های زینتر شده نشان داد با افزایش دما، چگالی نسبی نمونه‌ها افزایش می‌یابد، ولی امکان دستیابی به دانسیته بالای ۹۰٪ تا دمای ۱۶۵۰°C به وجود نیامد. اندازه‌گیری استحکام خمشی نمونه‌ها نشان داد که در بین ترکیب‌های مورد آزمایش، نمونه با ترکیب 90vol.% Al_2O_3/5vol.% –5vol.% Co ZrO_2 نسبت به آلومینای یکپارچه افزایش استحکام داشته است. طبق نتایج حاصل از اندازه‌گیری میکروسختی نمونه‌ها، سختی آلومینای خالص در اثر اضافه شدن ذرات تقویت کننده کبالت و زیرکونیا کاهش می یابد. همچنین وابستگی شدید سختی به چگالی در مورد ارقام اندازه‌گیری شده برای سختی در نمونه‌های مورد آزمایش مشاهده شد.

مراجع

[1] A. Amirsalari and S. F. Shayesteh, "Effects of pH and calcination temperature on structural and optical properties of alumina nanoparticles," *Superlattices Microstruct.*, vol. 82, pp. 507–524, 2015.

[2] R. B. Heimann, *Classic and advanced ceramics: from fundamentals to applications*. John Wiley & Sons, 2010.

[3] Y.-I. Lee, J.-T. Lee, and Y.-H. Choa,

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.3.7]

"Effects of Fe–Ni alloy nanoparticles on the mechanical properties and microstructures of Al 2 O 3/Fe–Ni nanocomposites prepared by rapid sintering," *Ceram. Int.*, vol. 38, no. 5, pp. 4305–4312, 2012.

[4] W. H. Tuan, R. Z. Chen, T. C. Wang, C. H. Cheng, and P. S. Kuo, "Mechanical properties of Al 2 O 3/ZrO 2 composites," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 22, no. 16, pp. 2827–2833, 2002.

[5] D. Casellas, I. Rafols, L. Llanes, and M. Anglada, "Fracture toughness of zirconia–alumina composites," *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 17, no. 1, pp. 11–20, 1999.

[6] T. C. Wang, R. Z. Chen, and W. H. Tuan, "Effect of zirconia addition on the oxidation resistance of Ni-toughened Al 2 O 3," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 24, no. 5, pp. 833–840, 2004.

[7] O. Sbaizero, S. Roitti, and G. Pezzotti, "R-curve behavior of alumina toughened with molybdenum and zirconia particles," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 359, no. 1, pp. 297–302, 2003.

[8] W. H. Tuan and W. R. Chen, "The interactions between silver and zirconia inclusions and their effects on the toughening behaviour of Al2O3 (Ag+ ZrO2) Composites," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 14, no. 1, pp. 37–43, 1994.

[9] R. Z. Chen and W. H. Tuan, "Toughening alumina with silver and zirconia inclusions," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 21, no. 16, pp. 2887–2893, 2001.

[10] W. H. Tuan, S. M. Liu, C. J. Ho, C. S. Lin, T. J. Yang, D. M. Zhang, Z. Y. Fu, and J. K. Guo, "Preparation of Al 2 O 3–ZrO 2–Ni nanocomposite by pulse electric current and pressureless sintering," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 25, no. 13, pp. 3125–3133, 2005.

[11] R. Z. Chen, Y. T. Chiu, and W. H. Tuan, "Toughening alumina with both nickel and zirconia inclusions," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 20, no. 12, pp. 1901–1906, 2000.

[12] W.-S. Cho and M. Kakihana, "Crystallization of ceramic pigment CoAl 2 O 4 nanocrystals from Co–Al metal organic precursor," *J. Alloys Compd.*, vol. 287, no. 1, pp. 87–90, 1999.

[13] T. R. Ingraham and P. Marier, "The kinetics of the thermal decomposition of CoSO 4 and Co 3 O 4," *Thermochim. Acta*, vol. 1, no. 1, pp. 39–49, 1970.

[14] G. A. Kolta and M. H. Askar, "Thermal decomposition of some metal sulphates," *Thermochim. Acta*, vol. 11, no. 1, pp. 65–72, 1975.

[15] J. S. Armijo, "The kinetics and mechanism of solid-state spinel formation—A review and critique," *Oxid. Met.*, vol. 1, no. 2, pp. 171–198, 1969.

[16] S. T. Aruna and K. S. Rajam, "Mixture of fuels approach for the solution combustion synthesis of Al 2 O 3–ZrO 2 nanocomposite," *Mater. Res. Bull.*, vol. 39, no. 2, pp. 157–167, 2004.

[17] C. Exare, J.-M. Kiat, N. Guiblin, F. Porcher, and V. Petricek, "Structural evolution of ZTA composites during synthesis and processing," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 35, no. 4, pp. 1273–1283, 2015.

[18] W.-P. Tai, Y.-S. Kim, and J.-G. Kim, "Fabrication and magnetic properties of Al 2 O 3/Co nanocomposites," *Mater. Chem. Phys.*, vol. 82, no. 2, pp. 396–400, 2003.

[19] X. Shi, Y. Pan, and J. Guo, "Fabrication and magnetic properties of cobalt-dispersed-alumina composites," *Ceram. Int.*, vol. 33, no. 8, pp. 1509–1513, 2007.

[20] J. Lu, L. Gao, J. Sun, L. Gui, and J. Guo, "Effect of nickel content on the sintering behavior, mechanical and dielectric properties of Al 2 O 3/Ni composites from coated powders," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 293, no. 1, pp. 223–228, 2000.

[21] W. P. Tai and T. Watanabe, "Preparation and mechanical properties of Al2O3 reinforced by submicrometer Co particles," *J. Mater. Sci.*, vol. 33, no. 24, pp. 5795–5801, 1998.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.3.7]

[22] P. Nikolopoulos, "Surface, Grain-boundary and interfacial energies in Al2O3 and Al2O3-Sn, Al2O3-Co systems," *J. Mater. Sci.*, vol. 20, no. 11, pp. 3993–4000, 1985.

[23] B. Kafkaslıoğlu and Y. K. Tür, "Pressureless sintering of Al 2 O 3/Ni nanocomposites produced by heterogeneous precipitation method with varying nickel contents," *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 57, pp. 139–144, 2016.

[24] D. Casellas, M. M. Nagl, L. Llanes, and M. Anglada, "Fracture toughness of alumina and ZTA ceramics: microstructural coarsening effects," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 143, pp. 148–152, 2003.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.3.7]