

# بررسی تاثیر اکسید نیکل بر ریز ساختار و خواص مکانیکی نانو کامپوزیت زیر کونیای پایدار شده توسط ایتريا و تهیه شده به وسیله سینتر پلاسمای جرقه‌ای

نوع مقاله: علمی پژوهشی

دکتر حسن توکلی<sup>\*</sup>، حمید محمدزاده، رسول امیرخانی، دکتر مهدی غلام‌پور

دانشکده علوم پایه، گروه فیزیک و شیمی، دانشگاه افسری امام علی (ع)، تهران، ایران

\* h.tavakoli@modares.ac.ir

## چکیده:

در این پژوهش، کامپوزیت‌های زمینه زیرکونیای پایدار شده توسط ایتريا با ۷ و ۱۴ درصد وزنی اکسید نیکل به وسیله فرآیند سینتر پلاسمای جرقه‌ای تهیه شدند. بررسی تغییرات فازی توسط الگوی پراش پرتو ایکس نشان داد پیک غالب اکسید زیرکونیای پایدار شده با ایتريا (YSZ)، ساختار تتراگونال به همراه پیک‌هایی با شدت بسیار کم از فاز مونوکلینیک YSZ است و همچنین افزودن اکسید نیکل برای نمونه‌های کامپوزیتی منجر به ایجاد فاز فلزی نیکل شده است. تصاویر میکروسکوپ الکترونی تهیه شده از سطح پرداخت شده نمونه‌ها بیانگر توزیع نسبتاً مناسب فاز نیکل در فاز زمینه بود. بررسی خواص فیزیکی و مکانیکی نمونه‌ها نشان داد که بیشینه چقرمگی شکست ( $0.19 \pm 14/21$  مگاپاسکال مجذور متر)، چگالی نسبی ( $99/81$  درصد) چگالی تئوری)، استحکام خمشی ( $665$  مگاپاسکال) متعلق به کامپوزیت حاوی ۱۴ درصد وزنی اکسید نیکل است. اما در خصوص سختی و یک‌رکز نمونه‌ها، افزایش اکسید نیکل در کامپوزیت‌ها، منجر به کاهش سختی نمونه به واسطه تشکیل فاز نیکل فلزی شده است.

## اطلاعات مقاله:

دریافت: ۲۴ تیر ۱۴۰۱

پذیرش: ۹ آذر ۱۴۰۱

صفحه ۷۴ تا صفحه ۸۶

در دسترس در نشانی:

[www.ijcse.ir](http://www.ijcse.ir)

زبان نشریه: فارسی

شاپا چاپی: ۲۳۵۲-۲۳۲۲

شاپا الکترونیکی:

۳۰۰۳-۲۷۸۳

## کلیدواژه:

زیرکونیا پایدار شده توسط ایتريا، اکسید نیکل، سینتر پلاسمای جرقه‌ای، ریز ساختار، خواص مکانیکی.

دکتر DOR: 20.1001.1.23222352.1401.11.0.17.7

## ۱- مقدمه

اکسید زیرکونیم دچار یک استحاله مارتنزیتی شده و ساختار آن به تتراگونال تغییر می‌یابد که این استحاله همراه با تغییر حجم تقریبی ۴ درصد در سلول واحد است. با افزایش دما به

اکسید زیرکونیم در دمای اتاق دارای ساختار کریستالی مونوکلینیک است. با افزایش دما تا ۱۱۷۰ درجه سانتی‌گراد،



بیش از ۲۳۷۰ درجه سانتی‌گراد تا دمای ذوب، ساختار کریستالی به ساختار مکعبی تغییر می‌کند [۱، ۲]. یکی از معضلات کاربرد این سرامیک مهندسی، تغییرات ساختاری می‌باشد که با تغییر حجم در ساختار منجر به ایجاد ترک در قطعه نهایی می‌گردد. از گذشته تا کنون تحقیقات گسترده‌ای در زمینه پایداری ساختارهای دما بالای زیرکونیا که خواص به مراتب بهتری از ساختار مونوکلینیک دارند، صورت گرفته است. ایتریا، منیزیا، کلسیا و برخی از اکسیدهای دیگر از جمله افزودنی‌هایی هستند که سبب پایداری ساختارهای دما بالای این سرامیک می‌گردند [۳-۵].

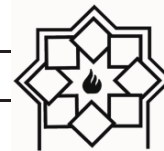
سرامیک‌های پایه زیرکونیا به خصوص زیرکونیای پایدار شده توسط ایتریا با ساختار تراگونال خواص فیزیکی و مکانیکی منحصر به فردی را از خود ارایه می‌دهند. از جمله این خواص می‌توان به استحکام خمشی بالا، چقرمگی شکست زیاد، سختی مناسب، رسانایی حرارتی پایین و خواص بایوسازگاری قابل توجه در مقایسه با سایر سرامیک‌های مهندسی اشاره نمود. این خواص منحصر به فرد سبب شده است که زیرکونیای پایدار شده در صنایع مختلفی همچون نسوزها، پوشش‌های دما بالا و صنایع پزشکی و غیره کاربرد داشته باشد [۶-۸].

همان‌گونه که پیش‌تر نیز توضیح داده شد، ساختارهای دما بالا و پایدار شده اکسید زیرکونیا خواص مکانیکی مطلوبی را از خود نشان می‌دهند. اما از طرف دیگر، در تولید قطعات از این سرامیک، چگالش حداکثری نیز از دیگر مواردی است که تاثیر بسزایی در خواص نهایی محصولات ایفا می‌نماید که این امر نیز به شدت وابسته به فرآیند تولید و خصوصا فرآیند سینتر است. همچنین، یکی دیگر از راهکارهای بهبود هر چه

بیش‌تر خواص مکانیکی سرامیک‌های مهندسی، تولید محصولات کامپوزیتی است که با تلفیق خواص اجزای تشکیل‌دهنده، بهبود خواص مورد نظر را به همراه دارد. از جمله کامپوزیت‌هایی که در این خصوص بیش‌تر مورد توجه قرار گرفته‌اند می‌توان به کامپوزیت‌های مولایت-زیرکونیا و زیرکونیا-آلومینا اشاره نمود [۹-۱۱].

سینتر پلاسمای جرقه‌ای یکی از فرآیندهای نوین در تولید قطعات مهندسی است که با بهره‌گیری از مزایای منحصر به فردی همچون سرعت گرمایش بسیار بالا، اتمسفر کنترل شده، ایجاد پلاسمای جرقه، اعمال فشار و نمایش میزان تغییرات ابعاد قطعه در حین فرآیند (انقباض) به عنوان معیاری از چگالش توانسته است جایگاه ویژه‌ای در فرآیندهای سینتر از نقطه نظر مطالعه و پژوهش کسب نماید. اگرچه این روش سینتر دارای مزایای بسیار زیادی می‌باشد اما لازم به ذکر است که اندازه محصولات و همچنین اشکال پیچیده از جمله محدودیت‌های این روش است که مطالعات و راهکارهای زیادی تاکنون توسط پژوهشگران در این خصوص ارایه شده است [۱۲-۱۶].

طبق مطالعات انجام شده، تاکنون فعالیت خاصی در زمینه‌ی تاثیر افزودنی‌های اکسید نیکل بر ریزساختار و خواص مکانیکی زیرکونیا پایدار شده توسط ایتریا صورت نگرفته است. اگرچه برخی از پژوهش‌ها در خصوص تولید قطعات بر پایه اکسید نیکل به همراه افزودنی زیرکونیای پایدار شده توسط ایتریا با کاربرد پیل سوختی اکسید جامد موجود است [۱۷-۲۰] اما مطالعه خاصی در خصوص افزودنی اکسید نیکل برای قطعات کامپوزیتی اکسید زیرکونیم پایدار شده با ایتریا صورت نگرفته است. در نتیجه در این پژوهش سعی شده است



تاثیر حضور نانوذرات اکسید نیکل بر ریز ساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت پایه زیرکونیا مورد بحث و بررسی قرار گیرد.

## ۲- فعالیت‌های تجربی

پودرهای زیرکونیا پایدار شده توسط ایتریا (US research nano materials-ZrO<sub>2</sub>-3Y, 99.9%, 200 nm) و اکسید نیکل (US research nano materials-NiO, 99%, 10-20 nm) به عنوان مواد اولیه در این پژوهش مورد استفاده قرار گرفتند. سه نمونه شامل نمونه شاهد (اکسید زیرکونیای پایدار شده توسط ایتریا (YSZ)) و دو نمونه کامپوزیتی شامل ۷ و ۱۴ درصد وزنی اکسید نیکل در این مطالعه تهیه شدند. در خصوص نمونه‌های کامپوزیتی، پودرهای مواد اولیه پس از توزین، توسط آسیا پر انرژی سیاره‌ای با سرعت چرخشی ۱۵۰ rpm در محیط اتانول و توسط گلوله و کاپ زیرکونیا مخلوط شدند. پس از فرآیند اختلاط هر کدام از مخلوط‌ها جهت خروج الکل بر روی هیتز در دمای ۷۰ درجه سانتی‌گراد قرار گرفتند. سپس، فرآیند سینتر پلاسمای جرقه‌ای (SPS-20T-10, China) با انتقال مستقیم پودر هر کدام از نمونه‌ها به داخل قالب گرافیتی و با شرایط خلا ۴۵-۲۰ پاسکال، فشار اولیه ۱۰ و فشار نهایی ۳۰ مگاپاسکال و دمای بیشینه ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد انجام شد. پس از فرآیند سینتر و جدا نمودن فویل گرافیتی از سطح نمونه‌ها، چگالی نسبی توسط روش ارشمیدس سنجیده شد. جهت انجام تست استحکام خمشی سه نقطه‌ای نمونه‌ها با ابعاد ۲۵ × ۵ × ۵ mm از قرص اولیه سینتر شده (به قطر سه سانتی‌متر و به ضخامت یک سانتی‌متر) برش داده شدند و استحکام خمشی سه نقطه‌ای نمونه‌ها توسط دستگاه

Santam-STm 20 محاسبه شد. جهت بررسی سختی نمونه های تهیه شده از دستگاه تست میکروسختی (MKV-h21) با بار اعمالی ۱ kgf و زمان نگهداری ۱۵ ثانیه و براساس استاندارد ASTM-C1327-08 استفاده شد. از نمونه‌ها آنالیز پراش پرتو ایکس (Philips-pw3710) گرفته شد و همچنین تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (MIRA 3 TESCAN, Czech Republic) تهیه گردید. در پایان چقرمگی شکست نمونه‌ها توسط رابطه ۱ و با استفاده از ترک‌های ایجادشده توسط فرورونده ویکرز تحت بار مشخص محاسبه شد.

$$K_{IC} = 0.203Ha^{1/2}(\frac{C}{a})^{-3/2} \quad (1)$$

که در آن 2a و 2c به ترتیب طول قطری فرورونده و طول کلی ترک هستند و H سختی ویکرز است [۲۲، ۲۳].

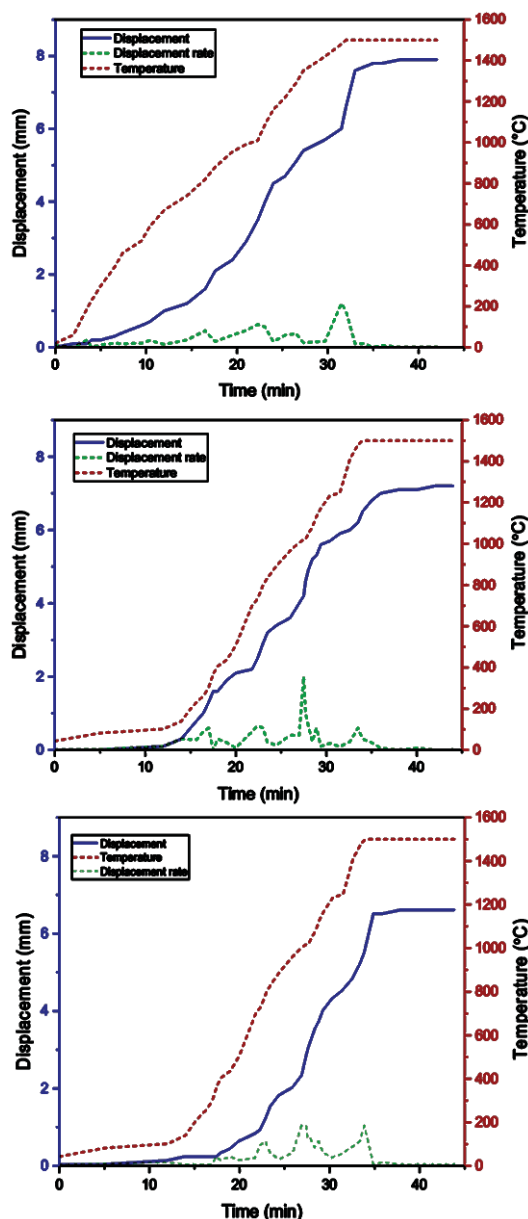
## ۳- نتایج و بحث

شکل ۱ نمودارهای دما-زمان-جابجایی پانچ که از اطلاعات فرآیند سینتر پلاسمای جرقه‌ای به دست آمده است، برای نمونه شاهد و کامپوزیت‌های حاوی ۷ و ۱۴ درصد وزنی اکسید نیکل را نمایش می‌دهد. یکی از مهم‌ترین کاربردهای این دسته از نمودارها، بررسی شرایط تکرارپذیری فرآیند سینتر و به نوعی کیفیت سینتر است. به بیان دیگر، عمدتاً در فرآیند سینتر، دمای نهایی و زمان نگهداری در کنار نرخ متوسط حرارت‌دهی از جمله پارامترهای ذکر شده در پژوهش‌ها هستند. در حالی که در فرآیند سینتر پلاسمای جرقه‌ای و بر اساس این دسته از نمودارها، تغییرات لحظه‌ای دما و همچنین جابجایی پانچ (به عنوان معیاری از انقباض) نسبت به دما قابل مشاهده می‌باشد. با توجه به شکل ۱، تقریباً روند یکسانی از نقطه نظر انقباض نمونه‌ها مشاهده می‌گردد.



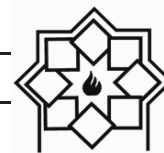
است. با افزایش دما، مقدار انقباض نمونه‌ها افزایش یافته و تا مقادیر نزدیک به ۱۲۰۰ الی ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد با نرخ تقریباً ثابت (تغییرات دمای لحظه‌ای سبب تغییرات جزئی در شیب نمودار جابجایی می‌گردد اما در نگاه کلی شیب تقریباً یکسان تلقی می‌گردد) زیاد می‌گردد. از طرف دیگر، با نزدیک شدن به دمای بیشینه (۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد) و افزایش فشار از ۱۰ تا ۳۰ مگاپاسکال، نرخ تغییر جابجایی نسبت به مرحله قبل افزایش بیش‌تری را تجربه نموده و در مدت زمان نگه‌داری در دمای بیشینه تقریباً ثابت شده است که این مرحله عمدتاً به مفهوم اتمام فرآیند سینتر از نقطه نظر چگالش می‌باشد. لازم به ذکر است که در دمای بیشینه با توجه به ماهیت نمونه‌ها و انتخاب صحیح دمای سینتر، عدم تغییر انقباض به مفهوم چگالش حداکثری است. از مقایسه سه نمودار تغییرات ظاهری رویت می‌شود که علتش می‌تواند تغییر درصد وزنی اکسید نیکل از ۰٪ (نمونه شاهد) تا ۱۴٪ باشد.

شکل ۲ الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه YSZ (نمونه شاهد) و کامپوزیت‌های حاوی ۷ و ۱۴ درصد وزنی اکسید نیکل را نشان می‌دهد. با توجه به شکل ۲ و همچنین الگوی پراش پرتو ایکس نمونه شاهد، پیک‌های مرتبط با دو فاز کریستالی اکسید زیرکونیم تتراگونال و مونوکلینیک (بادلیت) مشاهده می‌گردد. با توجه به ساختار کریستالی پودر اولیه پایدار شده که تتراگونال است، پیک غالب برای تمامی نمونه‌ها، ساختار تتراگونال زیرکونیای پایدار شده توسط ایتریا است که این امر نیز مطابق با مطالعات سایر پژوهشگران است [۸، ۲۱]. از طرف دیگر، نکته قابل توجه در خصوص کامپوزیت‌های حاوی اکسید نیکل، شناسایی پیک‌های نیکل فلزی در الگوهای پراش پرتو ایکس مربوطه است. به نظر می‌رسد

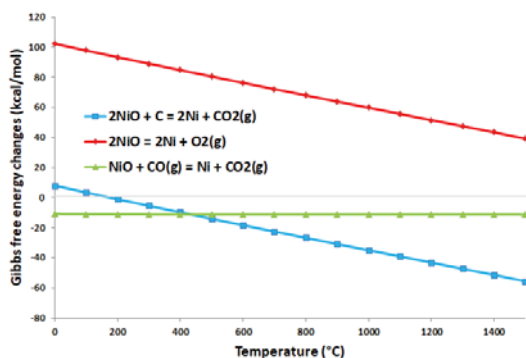


شکل ۱- نمودارهای دما- زمان- جابجایی به دست آمده از فرآیند سینتر پلاسمای جرقه‌ای نمونه شاهد و نمونه‌های حاوی ۷ و ۱۴ درصد وزنی نیکل.

ابتدای فرآیند سینتر مقدار ناچیزی از خروج گاز و تغییر جهت‌گیری ذرات به واسطه اعمال فشار اولیه قابل رویت



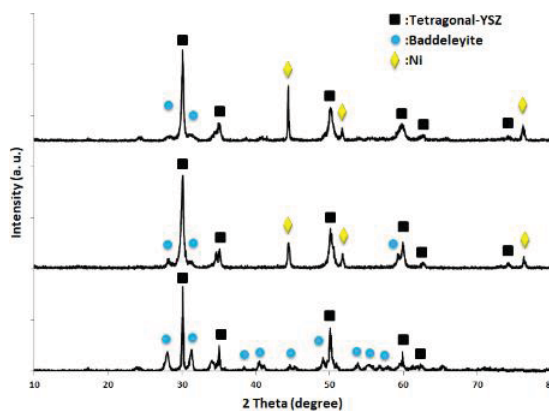
اکسیدی با کربن و گازهای احیا کننده همچون مونواکسید کربن است. با توجه به شکل ۳ مشخص است که در دماهای بسیار پایین نیز تغییرات انرژی آزاد گیبس برای شرایط استاندارد ترمودینامیکی و سیستم بسته براحتی منفی شده و احتمال انجام این دست از واکنش ها (از نظر ترمودینامیک و نه سینتیک) بالا است.



شکل ۳- نمودار تغییرات انرژی آزاد گیبس بر حسب تغییرات دما برای واکنش های محتمل در حین فرآیند سینتر کامپوزیت های حاوی اکسید نیکل.

شکل ۴، تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان و تهیه شده توسط الکترون برگشتی و ثانویه از سطح پرداخت شده نمونه شاهد (YSZ) را نمایش می دهد. لازم به ذکر است که تصاویر میکروسکوپ الکترونی از یک ناحیه گرفته شده است که به واسطه تغییر نوع تصویربرداری توسط الکترون برگشتی و الکترون ثانویه، مشخص می گردد که ریزساختار نمونه شاهد در این بزرگنمایی تقریباً عاری از تخلخل می باشد. اشکال ۵ و ۶، به ترتیب، تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان و تهیه شده توسط الکترون برگشتی و ثانویه از سطح پرداخت شده کامپوزیت های ۷ و ۱۴ درصد وزنی اکسید نیکل را نمایش می دهند. همانگونه که در شکل

اگرچه در مواد اولیه تهیه کامپوزیت ها از اکسید نیکل استفاده شده است اما فرآیند سینتر پلاسمای جرقه ای سبب احیا این اکسید و تبدیل تمامی اکسید نیکل به نیکل فلزی (با توجه به دقت اندازه گیری این آنالیز) شده است. بررسی مطالعات سایر پژوهشگران در این خصوص نشان می دهد که حضور اکسید نیکل و زیرکونیای پایدار شده در کنار هم و حرارت دهی در دمای بالای ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد سبب ایجاد نیکل شده است اما دلایل تشکیل نیکل به واسطه احیای اکسید نیکل به صورت کامل بررسی نشده است. به نظر می رسد وجود شرایط خلا و همچنین قالب از جنس کربن سبب این امر گردیده است [۲۴]. همچنین افزایش کمی در شدت پیک فازها با حضور نیکل فلزی رویت می شود که علتش با فرض ثابت بودن تمام فاکتورها (ولتاژ دستگاه، مدت زمان اسکن و صفحه مورد استفاده)، هم فاز و هم زاویه بودن نور پراکنده شده از ماتریکس و نیکل فلزی (به علت نظم و تبلور بیشتر) می تواند باشد.



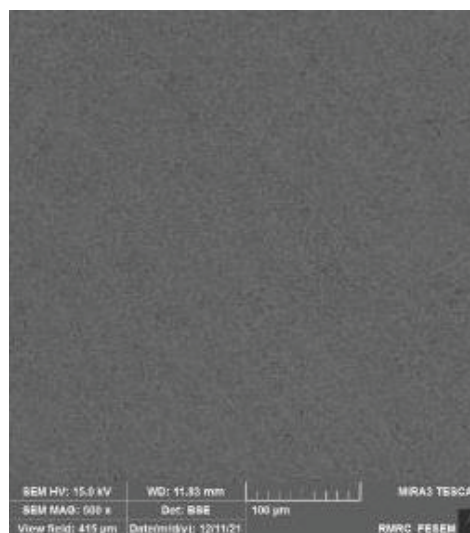
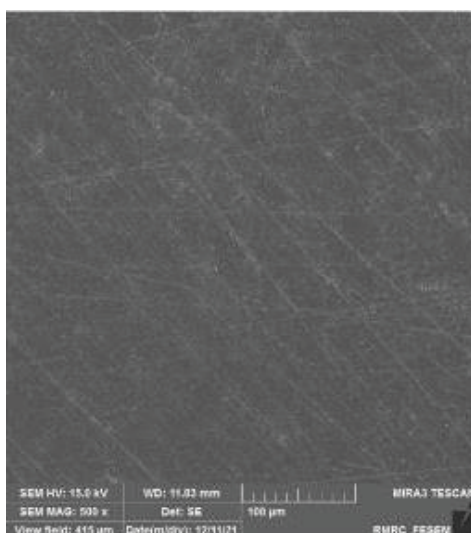
شکل ۲- الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه شاهد (YSZ) و کامپوزیت های حاوی ۷ و ۱۴ درصد وزنی اکسید نیکل.

از واکنش های احتمالی احیای اکسید نیکل، واکنش این ماده

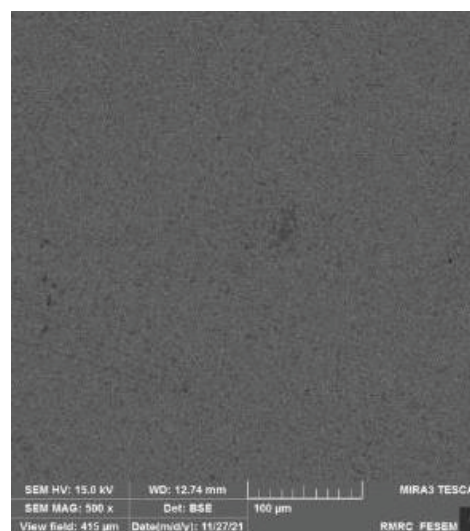
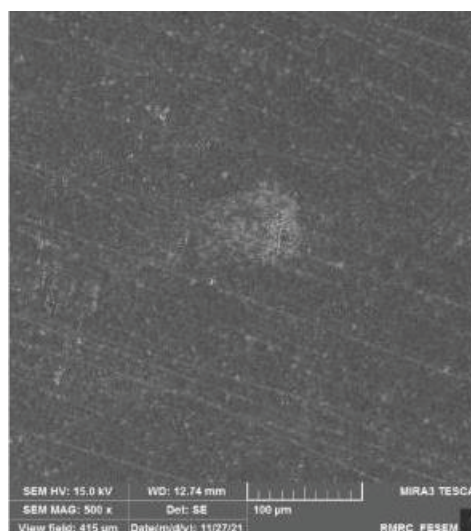


می‌شود. از طرف دیگر با افزایش میزان اکسید نیکل و به تناسب آن ایجاد فاز نیکل در ریز ساختار نمونه کامپوزیتی حاوی ۱۴ درصد وزنی اکسید نیکل نیز دارای توزیع نسبتاً مناسب فاز تقویت‌کننده همراه با تجمع جزئی و همچنین چگالش مناسب می‌باشد.

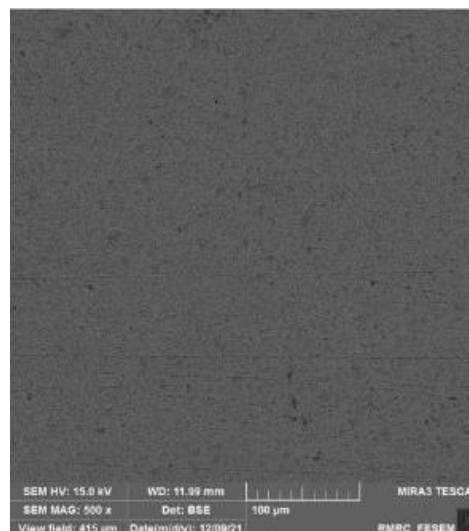
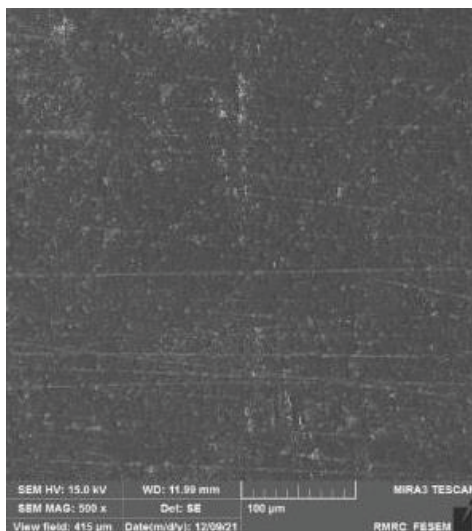
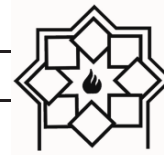
۵ مشاهده می‌گردد، نانوذرات نیکل با رنگ تیره‌تر (به دلیل چگالی پایین‌تر) در زمینه زیرکونیا پایدار شده توسط ایتریا دارای توزیع نسبتاً مناسب همراه با تجمع و تخلخل جزئی می‌باشند (تصویر تهیه شده توسط الکترون برگشتی). همچنین چگالش مناسب توسط ۷ درصد وزنی اکسید نیکل مشاهده



شکل ۴- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان از سطح پرداخت شده نمونه شاهد زیرکونیا پایدار شده توسط ایتریا.



شکل ۵- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح پرداخت شده زیرکونیای پایدار شده توسط ایتریا به همراه ۷ درصد وزنی اکسید نیکل.



شکل ۶- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح پرداخت شده زیرکونیای پایدار شده توسط ایتریا به همراه ۱۴ درصد وزنی اکسید نیکل در بزرگنمایی پایین.

دهد. یکی از ابزارهای موجود جهت اعتبارسنجی نتایج به دست آمده از الگوی پراش پرتو ایکس می‌تواند آنالیز نقشه عنصری در سطح نمونه باشد. با توجه به شکل ۸، همانگونه که مشاهده می‌گردد، در مناطق حضور نیکل در آنالیز نقشه عنصری غلظت اکسیژن کمتر می‌باشد که به نوعی موید اطلاعات به دست آمده از الگوی پراش پرتو ایکس مربوطه می‌باشد.

شکل ۹ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح پرداخت شده کامپوزیت زیرکونیای پایدار شده توسط ایتریا به همراه ۷ درصد وزنی اکسید نیکل و همچنین آنالیز کمی عنصری و طیف‌سنجی انرژی پرتو ایکس را نمایش می‌دهد. با توجه به شکل ۹، ناحیه مشخص شده با علامت A دارای فاز نیکل می‌باشد. لازم به ذکر است که طیف‌سنجی انرژی اشعه ایکس عمدتاً برای عناصر سبک همچون اکسیژن، کربن و بور دچار خطا بوده و مقادیر کمی به دست آمده از میزان شدت پیک‌ها در طیف‌سنجی مشخص می‌گردد. همچنین

شکل ۷ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان از سطح پرداخت شده کامپوزیت حاوی ۱۴ درصد وزنی اکسید نیکل را در بزرگنمایی بالاتر نشان می‌دهد. با توجه به شکل ۷، به نظر می‌رسد که در برخی از نواحی ریزساختار تجمع اکسید نیکل و همچنین تبدیل آن به نیکل در فرآیند سینتر سبب ایجاد تجمع و تخلخل شده است. اما با توجه به ماهیت فلزی محصول نهایی در تبدیل اکسید نیکل (تشکیل نیکل فلزی) به نظر می‌رسد حضور تجمع فاز فلز تاثیر مخربی بر چگالش نهایی محصول نداشته است. چرا که طبق خواص مکانیکی حاصل این طور برداشت می‌شود به علت دمای خیلی بالا به کارگرفته شده در این پژوهش، نیکل حالت خمیری پیدا نموده و سبب شده است تخلخل‌های موجود بین این ذرات تا حدود نسبتاً قابل قبولی از بین برود.

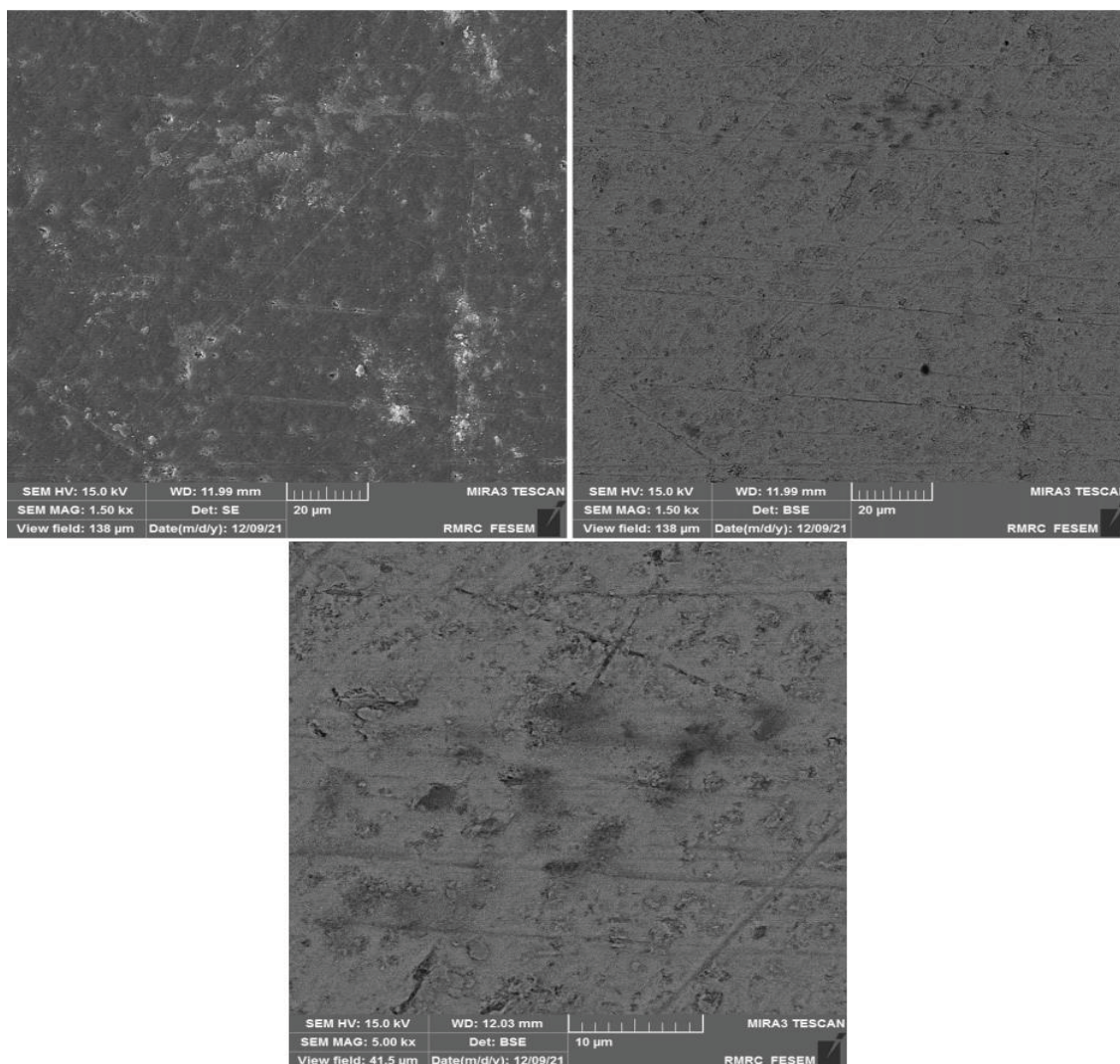
شکل ۸ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح پرداخت شده زیرکونیای پایدار شده توسط ایتریا و ۷ درصد وزنی اکسید نیکل به همراه آنالیز نقشه عنصری را نمایش می‌دهد.



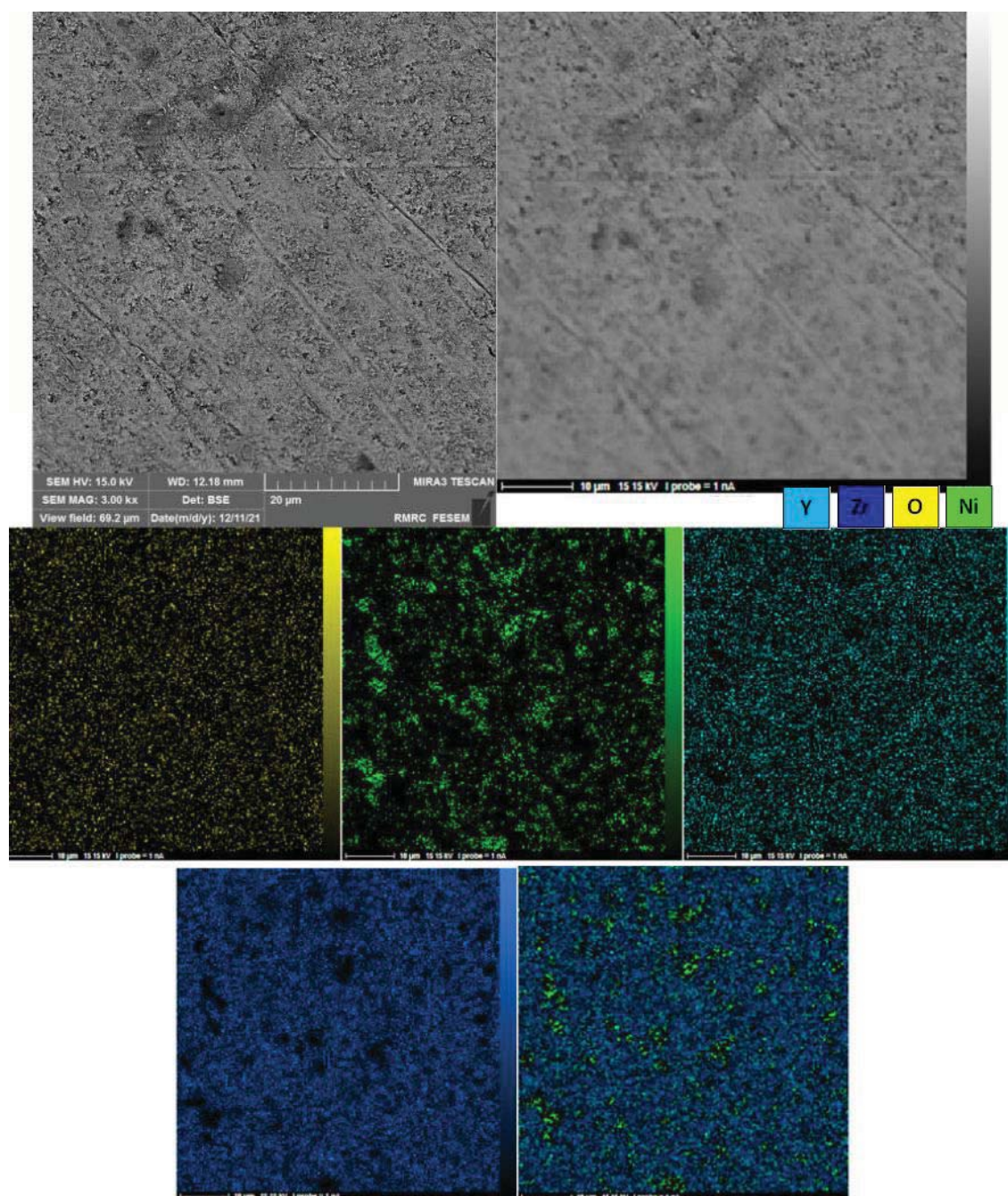
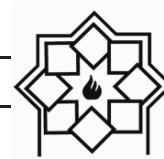
به جدول ۱، تمامی نمونه‌ها چگالی خوبی دارند که این امر می‌تواند به دلیل مزایای فرآیند سینتر پلاسمای جرقه‌ای به خصوص اعمال فشار در دمای بسیار بالا مرتبط باشد. همچنین بررسی چگالی نسبی نمونه‌ها نشان می‌دهد که با افزایش فاز اکسید نیکل و تشکیل فاز نیکل فلزی، چگالش بهبود پیدا کرده است.

نفوذ باریکه الکترون به لایه‌های زیرین و تهیج الکترون‌ها در این مناطق سبب می‌گردد که طیف به دست آمده متشکل از زمینه کامپوزیت نیز باشد.

جدول ۱ چگالی نسبی و خواص مکانیکی شامل چقرمگی شکست، سختی ویکرز و استحکام خمشی نمونه‌های سینتر شده در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد. با توجه



شکل ۷- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح پرداخت شده زیرکونیای پایدار شده توسط ایتریا به همراه ۱۴ درصد وزنی اکسید نیکل در بزرگنمایی بالا.

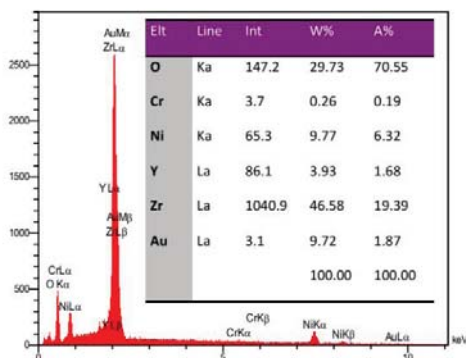
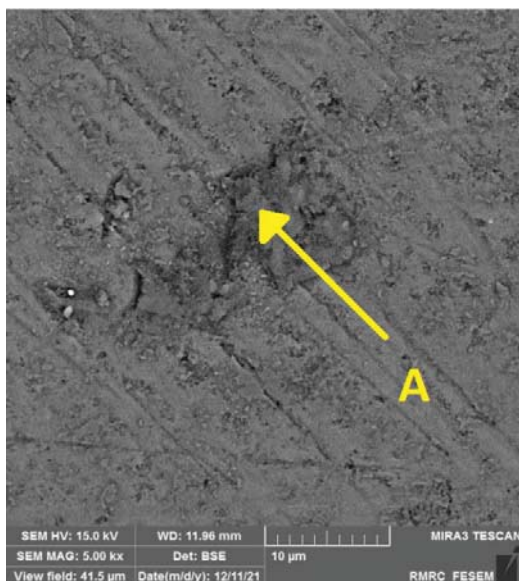


شکل ۸- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح پرداخت شده زیرکونیای پایدار شده توسط ایتریا و ۷ درصد وزنی اکسید نیکل به همراه آنالیز نقشه عنصری.

در خصوص خواص مکانیکی محاسبه شده، می‌توان اظهار داشت که افزایش فاز اکسید نیکل سبب بهبود چقرمگی



در ساختار نمونه‌های کامپوزیتی وجود دارد.



شکل ۹- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح پرداخت شده زیرکونیای پایدار شده توسط ایتریا و ۷ درصد وزنی اکسید نیکل به همراه آنالیز کمی عنصری و طیف‌سنجی انرژی پرتو ایکس.

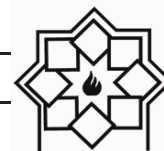
شکست و استحکام خمشی کامپوزیت‌ها نسبت به نمونه شاهد شده است. اما با توجه به پایین بودن سختی ذاتی فاز نیکل، افزایش این فاز در نمونه‌های کامپوزیتی کاهش سختی را به همراه داشته است. در نهایت، می‌توان گفت که افزایش فاز نیکل منجر به بهبود چقرمگی شکست و استحکام خمشی شده است اما سختی نمونه حاوی ۱۴ درصد وزنی نیکل کم‌ترین میزان سختی در بین نمونه‌های تولید شده می‌باشد.

#### ۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش، اکسید زیرکونیوم پایدار شده با ۳ مول افزودنی ایتریا و همچنین کامپوزیت‌های زمینه اکسید زیرکونیوم به همراه افزودنی اکسید نیکل به میزان ۷ و ۱۴ درصد وزنی به صورت موفقیت‌آمیز توسط روش سینتر پلاسمای جرقه‌ای تهیه شدند. بررسی تحولات فازی توسط الگوی پراش پرتو ایکس نشان داد که ساختار کریستالی پودر اولیه اکسید زیرکونیوم پایدار شده توسط ایتریا (تتراگونال) دچار تغییر محسوس نشده و فقط مقدار اندکی از پیک‌های مرتبط با ساختار مونوکلینیک شناسایی شد. اما نکته بسیار مهم در این پژوهش ایجاد فاز نیکل فلزی به واسطه احیای اکسید نیکل در ساختار بود که شاید بتوان دلیل این امر را شرایط خلا و حضور فاز کربن در حین فرآیند سینتر دانست. بررسی ریز ساختار نمونه‌ها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان داد که توزیع نسبتاً مناسبی از فاز نیکل

جدول ۱- خواص فیزیکی و مکانیکی نمونه شاهد (YSZ) و همچنین کامپوزیت‌های حاوی ۷ و ۱۴ درصد وزنی اکسید نیکل.

| نمونه        | دانسیته نسبی ( $\text{gr/cm}^3$ ) | استحکام خمشی (مگا پاسکال) | سختی (گیگا اسکال) | چقرمگی ( $\text{MPa.m}^{1/2}$ ) |
|--------------|-----------------------------------|---------------------------|-------------------|---------------------------------|
| YSZ          | $99.33 \pm 0.12$                  | $40.7 \pm 2.1$            | $13.08 \pm 0.04$  | $11.21 \pm 0.24$                |
| YSZ-7wt%NiO  | $99.62 \pm 0.11$                  | $59.6 \pm 3.7$            | $12.17 \pm 0.06$  | $13.21 \pm 0.16$                |
| YSZ-14wt%NiO | $99.81 \pm 0.12$                  | $66.5 \pm 2.4$            | $11.03 \pm 0.05$  | $14.21 \pm 0.19$                |

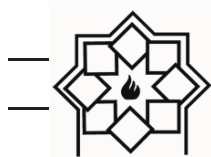


- Struct. Sci. 44 (1988) 116–120.
- [6] Y. Peng, Y. Xie, L. Wang, L. Liu, S. Zhu, D. Ma, L. Zhu, G. Zhang, X. Wang, High-temperature flexible, strength and hydrophobic YSZ/SiO<sub>2</sub> nanofibrous membranes with excellent thermal insulation, *J. Eur. Ceram. Soc.* 41 (2021) 1471–1480. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2020.09.071>.
- [7] V. V. Satyavathi Yedida, H. Vasudev, A review on the development of thermal barrier coatings by using thermal spray techniques, *Mater. Today Proc.* (2021). <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.09.018>.
- [8] T. Hérisson de Beauvoir, Z. Ghomari, G. Chevallier, A. Flaureau, A. Weibel, C. Elissalde, F. Mauvy, R. Chaim, C. Estournès, Flash Spark Plasma Sintering of 3YSZ: Modified sintering pathway and impact on grain boundary formation, *J. Eur. Ceram. Soc.* 41 (2021) 7762–7770. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2021.08.013>.
- [9] D. Grossin, A. Montón, P. Navarrete-Segado, E. Özmen, G. Urruth, F. Maury, D. Maury, C. Frances, M. Tourbin, P. Lenormand, G. Bertrand, A review of additive manufacturing of ceramics by powder bed selective laser processing (sintering/melting): Calcium phosphate, silicon carbide, zirconia, alumina, and their composites, *Open Ceram.* 5 (2021) 100073. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.oceram.2021.100073>.
- [10] W. Xu, A. Maksymenko, S. Hasan, J. J. Meléndez, E. Olefsky, Effect of external electric field on diffusivity and flash sintering of 8YSZ: A molecular dynamics study, *Acta Mater.* 206 (2021) 116596. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.116596>.
- [11] Z. Cao, S. An, X. Song, Effect of erbium doping on phase composition, mechanical and thermal properties of ZrO<sub>2</sub>-based ceramics, *J. Rare Earths.* (2021). <https://doi.org/10.1016/j.jre.2021.09.005>.
- [12] Z. Shen, M. Johnsson, Z. Zhao, M. Nygren, Spark plasma sintering of alumina, *J. Am. Ceram. Soc.* 85 (2002) 1921–1927.
- [13] U. C. Oliver, A. V. Sunday, E. I. -E. I. Christain, M. M. Elizabeth, Spark plasma sintering of aluminium composites—

بررسی چگالی نسبی نمونه شاهد و همچنین کامپوزیت‌های حاوی اکسید نیکل نیز موید چگالش بالای ۹۹ درصد دانسیته تئوری بود. بررسی خواص مکانیکی نشان داد که افزایش اکسید نیکل و تشکیل فاز نیکل فلزی سبب بهبود استحکام خمشی و چقرمگی شد اما با توجه به سختی کمتر فاز فلزی نیکل نسبت به زیرکونیا، افزایش نیکل کاهش سختی را به همراه داشت.

## مراجع

- [1] A. J. A. Winnubst, S. Ran, K. W. Wiratha, D. H. A. Blank, H. R. Pasaribu, J. -W. Sloetjes, D. J. Schipper, A Wear-Resistant Zirconia Ceramic for Low Friction Application, *Key Eng. Mater.* 264–268 (2004) 809–812. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.264-268.809>.
- [2] A. Glukharev, O. Glumov, M. Temnikova, A. S. Shamshirgar, O. Kurapova, I. Hussainova, V. Konakov, YSZ-rGO composite ceramics by spark plasma sintering: The relation between thermal evolution of conductivity, microstructure and phase stability, *Electrochim. Acta.* 367 (2021) 137533. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.electacta.2020.137533>.
- [3] A. Fregeac, F. Ansart, S. Selezneff, C. Estournès, Relationship between mechanical properties and microstructure of yttria stabilized zirconia ceramics densified by spark plasma sintering, *Ceram. Int.* 45 (2019) 23740–23749. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.08.090>.
- [4] É. S. Dvilis, V. D. Paigin, S. A. Stepanov, O. L. Khasanov, D. T. Valiev, E. F. Polisadova, V. Vaganov, T. R. Alishin, D. V. Dudina, Effect of Spark Plasma Sintering Temperature on the Properties of Transparent YSZ Ceramics, *Refract. Ind. Ceram.* 60 (2019) 154–159. <https://doi.org/10.1007/s11148-019-00327-9>.
- [5] C. J. Howard, R. J. Hill, B. E. Reichert, Structures of ZrO<sub>2</sub> polymorphs at room temperature by high-resolution neutron powder diffraction, *Acta Crystallogr. Sect. B*



- <https://doi.org/10.1142/S0218625X06008670>.
- [22] Niihara, K., Morena, R., & Hasselman, D. P. H. Evaluation of K<sub>Ic</sub> of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios, *J. Materials Science Letters* 1(1982) 13–16. <https://doi.org/10.1007/bf00724706>.
- [23] Konopka, K., Krasnowski, M., Zygmuntowicz, J., Cymerman, K., Wachowski, M., & Piotrkiewicz, P. Characterization of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Samples and NiAl–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Consolidated by Pulse Plasma Sintering, *Materials*, 14(2021), 3398. <https://doi.org/10.3390/ma14123398>
- [24] A. A. Solovyev, I. V. Ionov, A. N. Kovalchuk, A. I. Kirdyashkin, A. Maznoy, V. D. Kitler, Sintering of nio/ysz anode layers for metal-supported solid oxide fuel cell, in: *Adv. Mater. Res.*, Trans Tech Publ, 2014: pp. 155–160.
- review, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 112 (2021) 1819–1839. <https://doi.org/10.1007/s00170-020-06480-7>.
- [14] E. Ghasali, T. Ebadzadeh, M. Alizadeh, M. Razavi, Unexpected SiC nanowires growth during spark plasma sintering of WC-10Si: A comparative study on phase formation and microstructure properties against WC-10Co cermet, *J. Alloys Compd.* 786 (2019) 938–952. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.02.059>
- [15] P. Ctibor, P. Haušild, B. Nevrlá, V. Koudelková, M. Dudr, Formation of mullite and mullite-corundum composites from kaolin using spark plasma sintering, *J. Aust. Ceram. Soc.* 57 (2021) 651–661. <https://doi.org/10.1007/s41779-021-00571-8>.
- [16] E. Ghasali, K. Baghchesaraee, Y. Orooji, Study of the potential effect of spark plasma sintering on the preparation of complex FGM/laminated WC-based cermet, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 92 (2020) 105328. <https://doi.org/10.1016/j.jrmhm.2020.105328>.
- [17] M. Tanhaei, M. Mozammel, E. Javanshir, N.N. Ilkhechi, Porosity, microstructure and mechanical behavior of NiO–YSZ composite anode for solid oxide fuel cells, *Int. J. Mater. Res.* 108 (2017) 857–863. <https://doi.org/10.3139/146.111544>.
- [18] A. S. Ivashutenko, I. V. Ionov, A. S. Maznoy, A. A. Sivkov, A. A. Solovyev, Comparative Evaluation of Spark Plasma and Conventional Sintering of NiO/YSZ Layers for Metal-Supported Solid Oxide Fuel Cells, *High Temp. Mater. Process.* 37 (2018) 351–356. <https://doi.org/10.1515/htmp-2016-0193>.
- [19] E. Satheeshkumar, P. Anbarasi, K. Ilango, P. Prabunathan, P. Manohar, Studies on electrical properties of microwave assisted synthesis of NiO/YSZ composites for high - performance anode in solid oxide fuel cell, *Mater. Technol.* 32 (2017) 638–645. <https://doi.org/10.1080/10667857.2017.1366094>.
- [20] S. Modena, S. Ceschini, A. Tomasi, D. Montinaro, V.M. Sglavo, Reduction and Reoxidation Processes of NiO/YSZ Composite for Solid Oxide Fuel Cell Anodes, *J. Fuel Cell Sci. Technol.* 3 (2006) 487–491. <https://doi.org/10.1115/1.2349533>.
- [21] L. B. Chen, Yttria-stabilized zirconia thermal barrier coatings - A review, *Surf. Rev. Lett.* 13 (2006) 535–544.

## **Investigating the Effect of Nickel Oxide on the Microstructure and Mechanical Properties of Zirconia Nanocomposite Stabilized by Yttria and Prepared by Spark Plasma Sintering**

**Dr. Hasan Tavakoli\*, Hamid Mohammadzadeh, Rasool Amir Khani, Dr. Mehdi Gholampour**

**Organization: Faculty of Basic Sciences, Department of Physics and Chemistry, Imam Ali University, Tehran, Iran**

\* h.tavakoli@modares.ac.ir

**Abstract:** In this research, zirconia matrix composites stabilized by yttria with 7 and 14% by weight of nickel oxide were prepared by spark plasma sintering process. Investigation of phase changes by X-ray diffraction pattern showed the dominant peak of zirconia stabilized by yttria (YSZ) with tetragonal structure along with peaks with very low intensity of monoclinic phase of YSZ. Also, the addition of nickel oxide for composite samples led to the creation of nickel metal phase. The electron microscope images prepared from the polished surface of the samples showed relatively proper distribution of the nickel phase in the ground phase. Examining the physical and mechanical properties of the samples showed that the maximum fracture toughness ( $14.21 \pm 0.19$  MPa square meter), relative density (99.81% of theoretical density), bending strength (665 MPa) is related to the composite containing 14% by weight. It was nickel oxide. But regarding the Vickers hardness of the samples, the increase of nickel oxide in the composites led to a decrease in the hardness of the sample due to the formation of metallic nickel phase.

**Keywords:** Zirconia stabilized by yttria, Nickel oxide, Spark plasma sintering, Microstructure, Mechanical properties.