

مقاله پژوهشی

سنتز نانویسکر و نانوذرات SiC از سبوس برنج و بررسی اثر افزودن آن بر رفتار زینتر بدون فشار و خواص فیزیکی و مکانیکی نانوکامپوزیت ZrB₂-SiC

بلال جاهد، مهري مشهدي* و وحيد وطن پرست

مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۴۰۱/۱۲/۲۵، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۴۰۲/۰۳/۱۴، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۴۰۲/۰۴/۰۳

چکیده

در این پژوهش از سیلیس موجود در سبوس برنج برای سنتز نانویسکر و نانوذرات SiC استفاده شده است. نانویسکر و ذرات SiC به روش احیای کربوترمال سیلیس در دمای °C ۱۴۵۰ در اتمسفر آرگون با موفقیت سنتز شدند. طول و قطر ویسکرهای سنتز شده به ترتیب در حدود ۳۰-۵ μm و ۱/۲-۰/۲ μm بوده و با توجه به نتایج بدست آمده نسبت ذرات به ویسکرها ۳ به ۱ می‌باشد. در ادامه ویسکر و ذرات SiC به عنوان تقویت کننده با درصد‌های مختلف ۱۰، ۲۰، ۳۰ و ۴۰ درصد حجمی به زمینه‌ی ZrB₂ افزوده شده و نمونه‌های مورد نظر به روش زینتر بدون فشار در دمای °C ۲۱۰۰ ساخته شدند. سپس ریزساختار، خواص فیزیکی و مکانیکی نانوکامپوزیت مورد بررسی قرار گرفت. نتایج حاصل شده از تمامی نمونه‌ها در ترکیبات مختلف نشان می‌دهند که بالاترین چگالی نسبی مربوط به نمونه‌ی با ۲۰ درصد حجمی SiC با چگالی نسبی ۹۷/۴۵٪ می‌باشد. با بررسی ریزساختاری و اندازه‌گیری خواص مکانیکی نمونه‌ها بالاترین سختی و چقرمگی شکست به ترتیب برابر ۲۱/۵ GPa و ۶/۳۶ MPa.m^{1/2} در نمونه حاوی ۲۰ درصد حجمی ویسکر و ذرات SiC مشاهده شد.

واژه‌های کلیدی: سنتز نانویسکر و ذرات SiC، سبوس برنج، نانوکامپوزیت ZrB₂-SiC، زینتر بدون فشار.

۱- مقدمه

هستند. چگالی پایین ZrB₂ (۶/۰۹ g/cm³) نسبت به HfB₂ (۱۱/۱۹ g/cm³) باعث کاربردی‌تر بودن این ماده شده است [۱]. ZrB₂ نسبت به کاربیدها و نیتريد‌ها، هدایت الکتریکی (۱۰^{-۷} Ω.m^{-۱}) و هدایت حرارتی (۲۳-۲۵ W/m.K) بالایی دارد که این امر منجر به افزایش مقاومت به شوک حرارتی این سرامیک شده و در نتیجه برای کارکردهای دما بالا به خصوص در صنعت هوافضا مناسب می‌باشد [۲]. مشکل

تحقیقات گسترده‌ای بر روی دی‌بوریدهای فلزات گروه واسطه انجام شده است که در این میان دی‌بورید زیرکیم (ZrB₂) و دی‌بورید هافنیم (HfB₂) مناسب‌ترین کاندیدها برای استفاده در پره‌های توربین، دماغه‌های تیز و دیگر قطعات مورد استفاده در سرعت‌های بالای دماهای بالا

* عهده‌دار مکاتبات: مهري مشهدي

نشانی: مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران

تلفن: ۰۲۱-۲۲۹۵۳۳۲۱، دورنگار: ۰۲۱-۲۲۹۵۳۳۲۱، پست الکترونیکی: me_mashadi@yahoo.com

اصلی دی‌بورید زیرکیم چقرمگی شکست پایین، استحکام نسبتاً کم (۳۰۰-۴۰۰ MPa) و عدم توانایی حفظ این استحکام در دماهای بالا است. ویسکرها و ذرات SiC به عنوان تقویت‌کننده می‌توانند استحکام، چقرمگی شکست و مقاومت به اکسیداسیون را افزایش دهند و به همراه کمک زیتر متراکم‌سازی را بهبود ببخشند [۱،۳]. ویسکرها SiC الیاف‌های تک بلوری هستند که دارای ویژگی‌های بی‌نظیری همچون گاف انرژی (Band Gap) زیاد، نسبت ابعادی بزرگ، استحکام مکانیکی خوب، خواص حرارتی (هدایت حرارتی بالا و ضریب انبساط حرارتی پایین) و شیمیایی (مقاومت در برابر خوردگی) بالایی دارند و به عنوان مواد تقویت‌کننده در کامپوزیت‌های زمینه‌سرامیکی کاربردهای فراوانی دارند [۴-۸]. این خواص برجسته باعث شده که بطور گسترده در بسیاری از زمینه‌ها مانند نیمه‌هادی‌ها، فوتوکاتالیزها، جاذب‌های امواج مایکروویو، مواد هدایت حرارتی بالا و همچنین به عنوان تقویت‌کننده کامپوزیت‌ها به منظور بهبود چقرمگی مورد استفاده قرار گیرند [۹-۱۱]. ویسکرها SiC را می‌توان از چندین روش مختلف شامل احیای کربوترمال، زینترینگ به کمک قوس پلاسما، پیرولیز از پیش ماده پلیمری، رسوب‌دهی شیمیایی از فاز بخار و روش گرمایش مایکروویو تولید کرد [۱۲-۱۷]. در حال حاضر ویسکرها SiC بیشتر توسط احیای کربوترمال سیلیس تولید می‌شوند. در فرآیند احیا کربوترمال، مواد اولیه (منابع کربن و سیلیکون) برای تهیه ویسکرها SiC مهم هستند که بطور معمول، مواد رایج مورد استفاده شامل Si، SiO₂ و C می‌باشند. اما به دلیل واکنش‌پذیری پایین این مواد و همچنین قیمت بالای آن‌ها باعث شده تا تولید ویسکرها SiC با کیفیت و عملکرد بالا، از مواد اقتصادی و زیست‌محیطی بیشتر مورد توجه قرار گیرد. لو و همکاران [۱۸] دریافته‌اند که ویسکرها SiC- α را می‌توان با استفاده از خاکستر زغال سنگ و شیشه سیلیکاتی (یک منبع سیلیکونی) تهیه کرد. علاوه بر این، برخی از محققان همچنین ثابت کردند که سنتز

ویسکرها SiC از مواد زیست‌توده (Biomass) نیز یک روش امکان‌پذیر می‌باشد [۱۹-۲۱]. به عنوان مثال، لی و کاتلر [۲۲] ویسکرها SiC را با استفاده از پوسته برنج به عنوان مواد اولیه، سنتز کردند. همچنین لوده و همکاران [۲۳] توانستند ویسکرها SiC را از طریق مخلوط پوسته برنج و پوسته نارگیل سنتز کنند. همین‌طور، گزارش شده که مواد زیست‌توده دیگری از جمله چوب کربنیزه و الیاف نخل روغنی نیز برای سنتز ویسکرها SiC مورد استفاده قرار گرفته‌اند [۲۴-۲۶]. با این حال، تهیه ویسکرها SiC بوسیله عملیات حرارتی مستقیم توسط مواد زیست‌توده فوق، ناگزیر منجر به تولید ناخالصی‌ها و گازهای آلاینده می‌شود که بر کیفیت ویسکرها SiC سنتز شده تاثیر می‌گذارد. برای حل این مشکل، محققان روش ساخت ویسکرها SiC با استفاده از خاکستر مواد زیست‌توده به عنوان مواد اولیه را پیشنهاد کرده‌اند. خاکستر مواد زیست‌توده حاوی مقادیری سیلیس آمورف و یون‌های کاتالیزوری است که برای کاهش موانع انرژی و واکنش مفید است [۲۷،۲۸]. کریشنارائو [۲۹] نشان داد که ویسکرها SiC زمانی ساخته شده‌اند که نسبت خاکستر پوسته برنج و کربن بلک ۶۰:۴۰ باشد. همچنین چن و همکاران [۳۰] از گرافن و خاکستر پوسته برنج به عنوان مواد اولیه برای تهیه ویسکرها SiC با استفاده از روش احیای کربوترمال استفاده کردند. علاوه بر این، انواع دیگر منابع کربن برای تهیه ویسکرها SiC، مانند فیبر کربن و گرافیت منبسط شده، نیز مورد بررسی قرار گرفته‌اند [۳۱-۳۳]. اما با این حال، هنوز مطالعات کمی در مورد تهیه ویسکرها SiC از طریق خاکستر پوسته برنج وجود دارد. سنتز در مقیاس بزرگ و کم هزینه ویسکرها SiC با وجود کاربردهای بسیار مهم آن در بسیاری از زمینه‌ها هنوز یک چالش است. امروزه سنتز ویسکر SiC از سبوس برنج در بین روش‌های دیگر سنتز به دلیل قیمت پایین سبوس برنج و آماده‌سازی در مقیاس بزرگ بیشترین توجه را به خود جلب کرده است. سبوس برنج حاوی سیلیکا و ترکیبات آلی است که در اثر

زینتر بدون فشار، ریزساختار و خواص فیزیکی و مکانیکی نانوکامپوزیت ZrB_2-SiC مورد بررسی قرار گرفته است. سبوس برنج استفاده شده محصولی از شالیزارهای گیلان است. درصد اجزای آلی سبوس برنج به کمک دستگاه $CHNO$ (Carbon-hydrogen-Nitrogen-Oxygen Rapid) محاسبه شده که در جدول ۱ ارائه شده است. درصد سیلیس به روش گراویمتری (Gravimetric Analysis) اندازه‌گیری شده و نتایج حاصل از آزمایش‌های گراویمتری نشان داد که سبوس برنج مورد بررسی حاوی $19/30$ درصد وزنی سیلیس می‌باشد. درصد جزئی عناصر به کمک دستگاه طیف سنج جذب اتمی (Atomic Absorption Spectroscopy) اندازه‌گیری شده است که نتایج آن در جدول ۲ نشان داده شده است [۳۵].

جدول ۱: آنالیز مواد آلی موجود در سبوس برنج [۳۵].

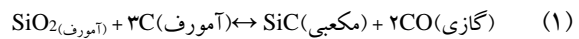
عناصر	C	O	H
درصد وزنی	۳۶/۳۳	۴۹/۲۶	۴/۸۳

سنتز ویسکر و ذرات SiC از سبوس برنج بطور خلاصه شامل چهار مرحله آماده‌سازی، پخت، پیرولیز و خالص‌سازی می‌باشد. در مرحله اول به منظور آماده‌سازی ابتدا سبوس برنج به مقدار لازم توسط ترازوی دیجیتال توزین شد و توسط الک با مش 30 الک گردید. سپس سبوس به مدت یک ساعت در داخل آب مقطر قرار داده شد. در ادامه به منظور حذف فلزات قلیایی و قلیایی خاکی، سبوس در محلول سولفوریک اسید (H_2SO_4) رقیق شده به مدت 2 الی 4 ساعت غوطه‌ور شد. سپس به مدت 24 ساعت در دمای $100^\circ C$ در درون خشک کن قرار گرفت. سبوس در این مرحله پس از مراحل شستشو با آب مقطر به رنگ زرد مایل به قهوه‌ای درآمد.

جدول ۲: درصد وزنی عناصر جزئی موجود در سبوس برنج [۳۵].

عناصر	K	Ca	Mg	Mn	Na	Fe	Al	Zn	Ni	Cr	Cu
درصد وزنی	۰/۲۳۰	۰/۱۱۰	۰/۰۲۶	۰/۰۱۵	۰/۰۱۱	۰/۰۱۰	۰/۰۰۶	۰/۰۰۱۰	۰/۰۰۷	۰/۰۰۴	۰/۰۰۴

حرارت ترکیبات آلی آن تجزیه می‌شوند. کربن حاصل از این تجزیه به همراه سیلیکا مواد اولیه لازم برای تشکیل SiC را فراهم می‌سازند (واکنش ۱).



عواملی چون وجود سیلیکا آمورف به میزان زیاد و به صورت مخلوط با کربن (به عبارتی دارا بودن توام مواد اولیه برای تهیه SiC)، فراهم بودن سطح تماس مناسب بین این دو ماده و پایین بودن انرژی اکتیواسیون واکنش بین سیلیکا و کربن، همچنین تداخل کافی و در نتیجه وجود مکان‌های مناسب، شرایط مساعدی را برای رشد SiC از سبوس برنج در دماهای نسبتاً پایین $1800-1200^\circ C$ نسبت به سایر روش‌ها فراهم نموده است [۳۴]. عوامل فوق به همراه قیمت پایین سبوس برنج و فراوانی آن (خصوصاً در کشورهای همجوار ایران که برنج یکی از محصولات عمده تولیدی می‌باشد) سبب گردیده است که تولید SiC از سبوس برنج به عنوان اقتصادی‌ترین روش موجود معرفی شود. در این پژوهش ابتدا به سنتز ویسکر و ذرات SiC از سبوس برنج پرداخته شده و سپس ویسکرها و ذرات SiC سنتز شده به عنوان فاز تقویت‌کننده در زمینه ZrB_2 مورد استفاده قرار گرفته و در ادامه به بررسی خواص فیزیکی و مکانیکی این نانوکامپوزیت پرداخته شده است.

۲- فعالیت‌های تجربی

مراحل انجام آزمایش در این پژوهش شامل دو مرحله سنتز SiC و زینتر نانوکامپوزیت ZrB_2-SiC می‌باشد. ابتدا به بررسی سنتز ویسکر و ذرات SiC از سبوس برنج پرداخته شده و سپس اثر تقویت‌کننده ویسکر و ذرات SiC بر رفتار

در مرحله بعد به منظور انجام عملیات حرارتی، سبوس شستشو داده شده در داخل بوته فولادی قرار گرفته و به میزان ۲٪ وزن خاکستر سبوس، کاتالیزور Ni(OH)_2 به خاکستر اضافه گردید. سپس عملیات حرارتی به مدت ۲ ساعت در دمای 700°C در اتمسفر آرگون انجام شد. به منظور انجام عملیات پیرولیز، خاکستر سبوس در داخل فویل گرافیتی قرار گرفت و سپس درون کوره تیوبی به مدت ۲ ساعت در دمای 1450°C در اتمسفر آرگون قرار داده شد. در انتها به منظور انجام عملیات خالص سازی جهت حذف کربن اضافی، خاکستر سبوس در دمای 700°C به مدت ۳ ساعت در هوا سوزانده شد. جهت حذف سیلیس باقیمانده، خاکستر با هیدروفلوئوریک اسید (HF) ۲۰٪ اسیدشویی شد و سپس با آب مقطر شستشو داده شد. در انتها به مدت ۲۴ ساعت در دمای 80°C در خشک کن قرار گرفت.

در این پژوهش از پودر ZrB_2 با اندازه ذرات $3\ \mu\text{m}$ (ساخت شرکت Nuriks روسیه) به عنوان زمینه کامپوزیت، از Y_2O_3 و Al_2O_3 با نسبت مولی ۵ به ۳ (با اندازه ذرات $2\ \mu\text{m}$ (خریداری شده از شرکت Merck) به عنوان کمک زینتر و از ویسکر و ذرات SiC سنتز شده از سبوس برنج به عنوان تقویت کننده استفاده شده است. طول ویسکر در محدوده $30-5\ \mu\text{m}$ و قطر ویسکر در حدود $0.2-1.2\ \mu\text{m}$ و همچنین اندازه ذرات SiC کمتر از $100\ \text{nm}$ می باشد. به منظور خردایش ذرات، پودر ZrB_2 توسط آسیاب سیاره ای با محفظه و گلوله هایی از جنس کاربید تنگستن در محیط اتانول با سرعت $300\ \text{rpm}$ به مدت ۲ ساعت در اتمسفر آرگون آسیاب شد. سپس پودر ZrB_2 با تقویت کننده ویسکر و ذرات SiC به همراه کمک زینتر (YAG) با درصدهای مورد نظر توزین شد. به منظور جلوگیری از آگلومراسیون ذرات، سوسپانسیون مورد نظر به مدت ۲۰ دقیقه تحت آلتراسونیک قرار گرفت. مخلوط پودر در محیط اتانول با سرعت $190\ \text{rpm}$ به مدت ۱ ساعت در اتمسفر آرگون با نسبت گلوله به پودر ۱:۱۰ آسیاب شد. در انتها مخلوط پودر در دمای 120°C به مدت ۱۰ ساعت درون خشک کن قرار گرفت و

سپس توسط الک مش 60 فرآیند گرانول سازی انجام شد. مخلوط حاصل پس از پرس تک محوری با فشار $80\ \text{MPa}$ جهت افزایش استحکام خام تحت فرآیند پرس ایزواستاتیک سرد (CIP) با فشار $170\ \text{MPa}$ قرار گرفت. پس از عملیات CIP، نمونه ها در دمای 1000°C به مدت ۲ ساعت پیرولیز شده و سپس فرآیند زینتر بدون فشار در دمای 2100°C در اتمسفر آرگون به مدت یک ساعت انجام شد. در جدول ۳ نام و ترکیب نمونه های تولید شده در این تحقیق آورده شده است. جهت بررسی تاثیر ویسکر و ذرات SiC بر زمینه ZrB_2 مقادیر چگالی نسبی و درصد تخلخل به روش ارشمیدس (استاندارد ASTM C 373-88) محاسبه گردید. برای بررسی ریزساختار نمونه ها نیز از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) ساخت شرکت TESCAN مدل VEGA مجهز به طیف سنج EDS و آنالیز XRD (دستگاه پراش اشعه X مدل PW1800 پرتوی $\text{CuK}\alpha$ با ولتاژ $10\ \text{kV}$ ساخت شرکت FILIX) استفاده شد. سطح نمونه ها جهت بررسی های ریزساختاری ابتدا به وسیله سنگ نیتريد بور مکعبی (CBN) با مش 100 میکرون و سپس با سمباده های 400 ، 600 ، 800 ، 1200 ، 1500 و 2000 سمباده کاری شده و از خمیر الماسه 1 و 6 میکرون برای براق کردن سطح نمونه ها استفاده شد. سختی نمونه ها مطابق با استاندارد ASTM C1327 با استفاده از دستگاه سختی سنجی ویکرز تحت بار $2\ \text{kg}$ و مدت زمان بارگذاری 10 ثانیه انجام شد.

چقرمگی شکست نمونه ها نیز طبق استاندارد ASTM C1327 با استفاده از دستگاه ماکرو سختی سنج ویکرز تحت بارگذاری $30\ \text{kg}$ از طریق روش ایجاد ترک توسط فرورونده ویکرز (VIF: Vickers Indentation Fracture) طبق معادله (۲) محاسبه گردید.

$$K_{IC} = 0.073 P/C^{1.5} \quad (2)$$

که در آن K_{IC} چقرمگی شکست بر حسب $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ، P نیروی اعمالی بر حسب N و C نصف طول ترک بر حسب μm می باشد.

قلیایی خاکی به علت وجود این عناصر در ترکیب سبوس برنج خام می‌باشد.

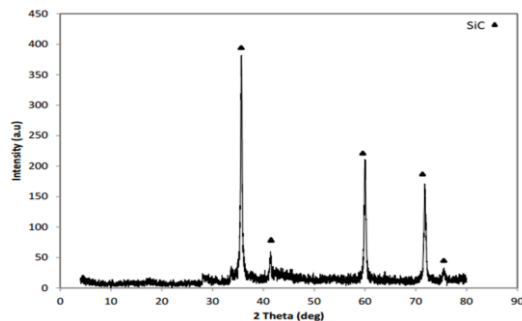
جدول ۴: آنالیز عنصری XRF از SiC سنتز شده از سبوس برنج.

عناصر	Si	C	Ca	Fe	K
درصد وزنی	۶۹/۸	۲۹/۸۲	۰/۱۷	۰/۱	۰/۱۱

جدول ۳: مشخصات ترکیبات مختلف نمونه‌ها.

کد نمونه	Z	ZS10	ZS20	ZS30	ZS40
ZrB ₂ (%vol)	۹۷	۸۷	۷۷	۶۷	۵۷
SiC _p	۰	۷/۵	۱۵	۲۲/۵	۳۰
SiC _w	۰	۲/۵	۵	۷/۵	۱۰
SiC _p +SiC _w (%vol)	۰	۱۰	۲۰	۳۰	۴۰
YAG (%vol)	۳	۳	۳	۳	۳

آنالیز XRD از محصول بدست آمده در شکل ۱ نشان داده شده است. همان‌طور که از اعداد بدست آمده در جدول ۵ مشاهده می‌شود پیک‌های اصلی مربوط به α -SiC می‌باشد.



شکل ۱: الگوی XRD از SiC سنتز شده از سبوس برنج.

۳- نتایج و بحث

در این بخش ابتدا نتایج بدست آمده سنتز SiC از سبوس برنج بحث شده، سپس اثر افزودن تقویت کننده SiC (ویسکر و ذرات) بر زمینه ZrB₂ و نتایج بدست آمده از آزمایشات مورد بررسی قرار گرفته است.

۳-۱- سنتز ویسکر و ذرات SiC از سبوس برنج

آنالیز XRF از محصول بدست آمده در جدول ۴ نشان داده شده است. محصول دارای خلوص ۹۹٪ و مقدار ناخاصی‌ها کمتر از ۱٪ وزنی می‌باشد. وجود اکسیدهای فلزات قلیایی و

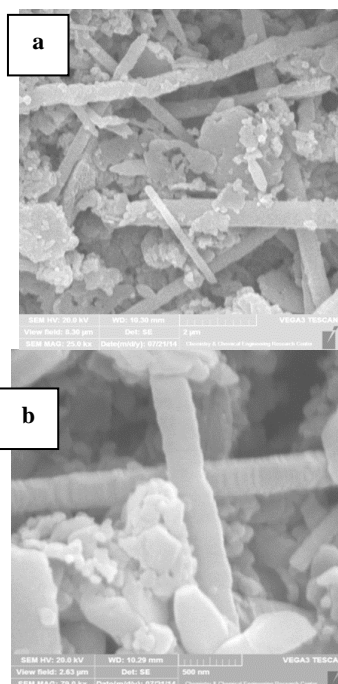
جدول ۵: نتایج $\sin\theta$ و $\beta\cos\theta$ بدست آمده از سه پیک اصلی SiC.

شماره پیک	2θ	θ	b	کرنش	sinθ	cosθ
۱	۳۵/۶۷۸۴	۱۷/۸۳۹۲	۰/۱۵۲۵	۰/۰۰۶۲۶۷۷۵	۰/۳۰۶۳۴	۰/۰۰۵۹۶۶۳۹
۲	۵۹/۹۴۴۴	۲۹/۹۷۲۲	۰/۱۶۸۳	۰/۰۰۶۹۱۷	۰/۴۹۹۵۷	۰/۰۰۵۹۹۱۹۷
۳	۷۱/۷۶۲۵	۳۵/۸۸۱۲	۰/۱۹۰۲	۰/۰۰۷۸۱۷۲۲	۰/۵۸۶۱۰	۰/۰۰۶۳۳۲۷۷۳

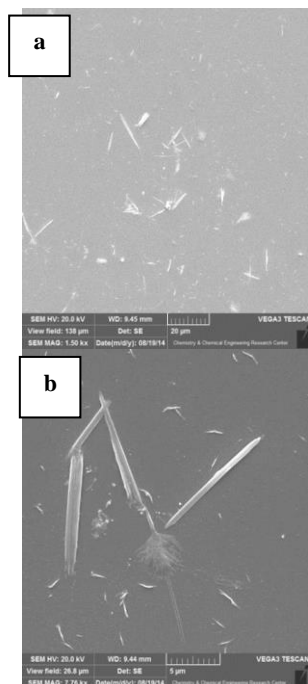
با توجه به داده‌های بدست آمده از جدول ۵، نمودار ویلیامسون-هال با استفاده از نرم‌افزار Sigma plot در شکل ۲ رسم شده است. با استفاده از روش ویلیامسون-هال اندازه بلورک‌ها ۲۴/۷ nm محاسبه شد که مشخص می‌شود دو مقدار بدست آمده از رابطه‌های شرر و ویلیامسون-هال تفاوت چندانی ندارند که این امر بیانگر عدم کرنش زیاد در شبکه بلوری می‌باشد.

جهت اندازه‌گیری بلورک‌ها از رابطه شرر استفاده شد که طبق رابطه شرر اندازه بلورک‌ها ۲۳/۲ nm بدست آمده است. به دلیل تنوع در ماده سنتز شده (ویسکرها و ذرات SiC) و باتوجه به اینکه در رابطه شرر تنها پیک اصلی برای اندازه کریستالی در نظر گرفته شده در نتیجه از رابطه ویلیامسون-هال (W-H) نیز برای اندازه‌گیری بلورک‌های SiC استفاده شد.

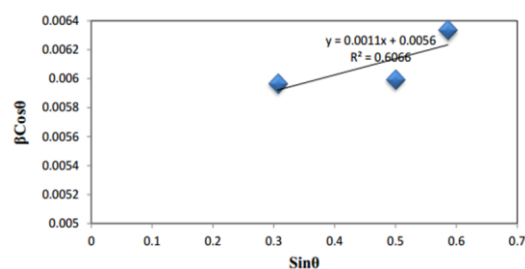
نشان می دهد رشد ویسکرهای SiC از مکانیسم بخار-مایع-جامد (VLS) پیروی می کند که این مکانیسم شامل سه مرحله تولید یوتکتیک، انعقاد هسته های تبلور و رشد می باشد [۳۸، ۳۷].



شکل ۳: تصاویر SEM از ویسکر و ذرات SiC سنتز شده از سیوس برنج.



شکل ۴: تصاویر SEM از ویسکر روی لام شفاف.

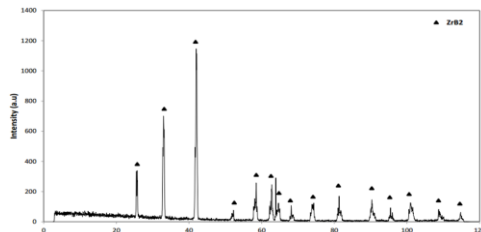
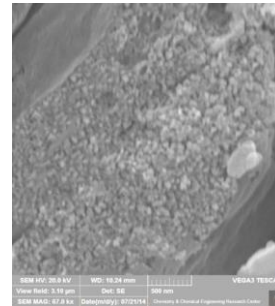


شکل ۵: نمودار ویلیامسون-هال.

شکل ۳ مورفولوژی SiC سنتز شده از سیوس برنج در بزرگنمایی های متفاوت را نشان می دهد. تصاویر SEM نشان می دهد که SiC سنتز شده بطور کلی از ویسکر به همراه ذرات تشکیل شده است. علاوه بر این با توجه به تصاویر SEM مشاهده می شود که ویسکرها شکل سوزنی داشته و گویچه های که معمولاً در نوک ویسکرها وجود دارند (که از سیلیس و کاتالیزور تشکیل شده اند) در هنگام اسیدشویی توسط اسید هیدروفلوریک (HF) حذف شده و نوک ویسکر بصورت سوزنی شکل درآمده است. شکل ۴ تصاویر SEM از ویسکرها را بر روی یک لام شفاف نشان می دهد. اندازه ویسکرها توسط نرم افزار ایمیج تولز (Imag Tools) اندازه گیری شد که طول ویسکرها در حدود ۳۰-۵۰ μm قطر ویسکرها در محدوده ۱/۲-۰/۲ μm می باشد. در شکل ۵ تصویر SEM از ذرات SiC سنتز شده نشان داده شده است که با توجه به تصاویر مشخص می شود که اندازه ذرات SiC در حدود کمتر از ۱۰۰ nm می باشد. درصد ویسکر و ذرات SiC با استفاده از نرم افزار کلمکس (Clemex) محاسبه شده که با توجه به نتایج بدست آمده نسبت ذرات به ویسکرها ۳ به ۱ می باشد. با توجه به پژوهش های مشابه انجام شده مشخص شده که با افزایش دمای سنتز، محتوای ویسکرهای SiC کاهش یافته و ذرات بیشتر ظاهر می شوند، که این امر با توجه به این موضوع که دمای بیش از حد بالا منجر به تبلور مجدد ویسکرها می شود، توجیه می گردد [۳۶]. با افزایش دما، بازده SiC افزایش می یابد و حداکثر محتوای ویسکر در نمونه ها در دمای ۱۴۵۰ °C ظاهر می شود. مورفولوژی SiC به جز دما به نسبت وزن مواد خام نیز بستگی دارد [۳۰]. نتایج بدست آمده

جدول ۶: آنالیز عنصری (XRF) پودر ZrB_2 .

عنصر	Na	Mg	Al	Si	S	Ca	Zr	Hf
درصد وزنی	۰/۳۶۵	۰/۱۴۲	۰/۱۸۷	۱/۳۲۴	۰/۱۲۸	۰/۱۸۱	۹۴/۴۵۹	۳/۲۱۳

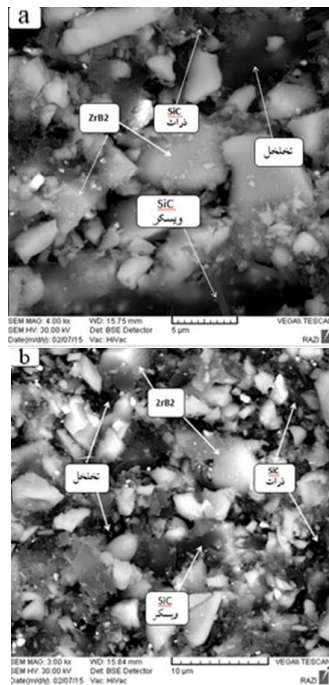
شکل ۷: الگوی XRD پودر ZrB_2 

شکل ۵: تصویر SEM از نانو ذرات SiC سنتز شده از سوس برنج.

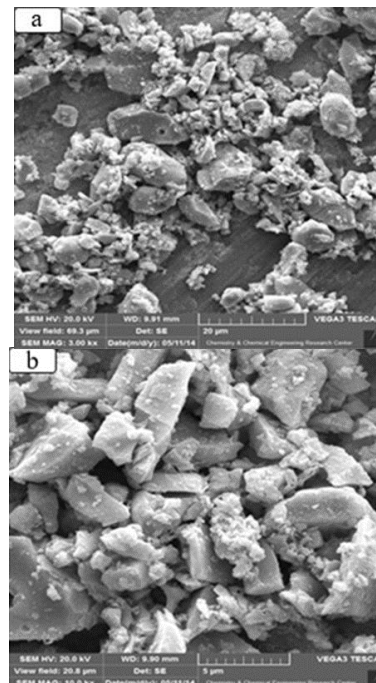
تصاویر SEM ریزساختار قبل از زینتر نمونه‌های ZS30 و ZS40 در شکل ۸ نشان داده شده است. ذرات به رنگ خاکستری روشن فاز زمینه (ZrB_2) و ذرات به رنگ خاکستری تیره تقویت کننده‌های SiC و تخلخل‌ها نیز به رنگ سیاه دیده می‌شوند. تصاویر نشان می‌دهد که پودرها بصورت هموزن توزیع شده‌اند و ویسکرها نیز در داخل زمینه قابل مشاهده می‌باشند.

۳-۲- اثر افزودن ویسکر و ذرات SiC بر ریزساختار نانوکامپوزیت ZrB_2 -SiC

در این پژوهش از پودر ZrB_2 با اندازه ذرات $3 \mu m$ استفاده شده است. مرفولوژی پودر ZrB_2 در شکل ۶ و الگوی پراش اشعه ایکس (XRD) و آنالیز عنصری (XRF) آن نیز به ترتیب در شکل ۷ و جدول ۶ نشان داده شده است.



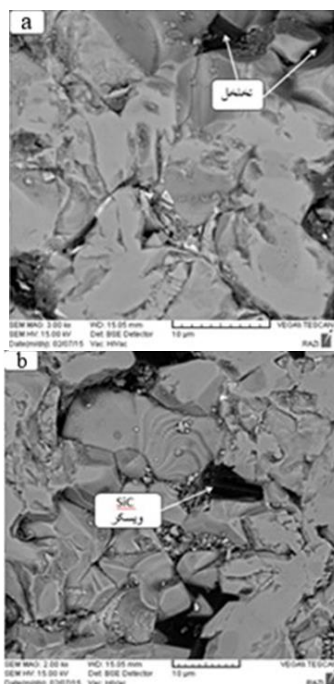
شکل ۸: SEM پودر پرس شده قبل از زینتر نمونه (a) ZS30 و (b) ZS40.

شکل ۶: مرفولوژی پودر ZrB_2 در بزرگنمایی مختلف.

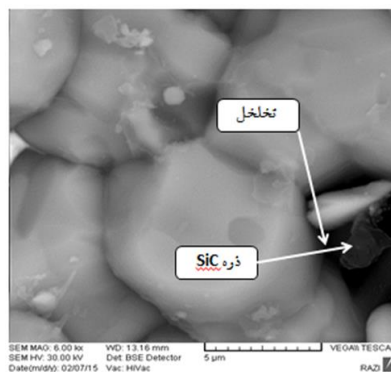
داده و تراکم پذیری را بهبود می‌بخشد [۳۹].



اندازه دانه زمینه ZrB_2 در نمونه ZS20 نسبت به نمونه ZS30 به صورت یکنواخت‌تری رشد کرده است. در نمونه با درصد بالای تقویت کننده، آگلومره شدن ذرات اتفاق افتاده و علاوه بر اینکه مانع از تراکم‌سازی شده از طرفی دیگر به علت توزیع ناهمگن تقویت کننده باعث رشد افراطی دانه‌ها شده است. کامپوزیت $\text{ZrB}_2\text{-SiC}_w$ (تقویت شده با ویسکر SiC) نسبت به کامپوزیت $\text{ZrB}_2\text{-SiC}_p$ (تقویت شده با ذرات SiC) سختتر زینتر شده است در حالی که دو کامپوزیت شرایط یکسانی مانند اندازه دانه ZrB_2 و خلوص یکسانی داشته‌اند. وجود Al_2O_3 و Y_2O_3 باعث تشکیل فاز مایع ناپایدار در کامپوزیت $\text{ZrB}_2\text{-SiC}_w$ شده است که به آرایش مجدد دانه‌ها کمک می‌کند. فاز مایع توانسته با ناخالصی‌های اکسید روی سطح پودر اولیه (ZrO_2 ، SiO_2 و B_2O_3) واکنش دهد [۴۰].



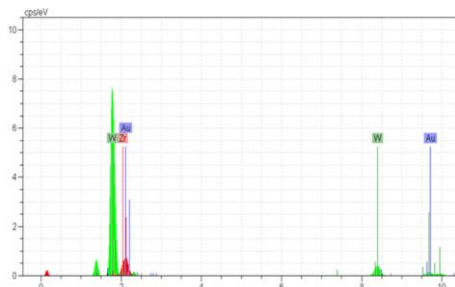
شکل ۹ تصویر SEM نمونه ZS20 زینتر شده در دمای 2100°C را نشان می‌دهد. تصویر SEM بعد از زینتر نشان می‌دهد که ذرات کاملاً فشرده شده و دانه‌ها شکل منظم به خود گرفته‌اند و اندازه ذرات نیز یکنواخت‌تر شده است.



شکل ۹: تصویر SEM نمونه زینتر شده ZS20.

شکل ۱۰ تصاویر SEM از ریزساختار نمونه‌های ZS10، ZS20 و ZS30 را نشان می‌دهد. تصویر SEM شکل ۱۰ (a) نشان می‌دهد که در نمونه Z (بدون تقویت کننده) دانه‌های ZrB_2 رشد افراطی داشته‌اند و تخلخل‌ها نیز قابل مشاهده هستند. شکل ۱۰ (b) نشان می‌دهد که در نمونه ZS10 ذرات ویسکرها در مرز دانه‌ها قرار گرفته‌اند و مانع از رشد افراطی دانه‌ها شده‌اند. در نمونه ZS20 (تصویر ۱۰ (c)) ذرات SiC و در نمونه ZS30 (تصویر ۱۰ (d)) ویسکر SiC در مرز دانه قرار گرفته است و مانع از رشد افراطی دانه‌ها شده‌اند. در مجموع این تصاویر کاهش اندازه دانه به وسیله تقویت کننده‌های SiC را تایید می‌کند. مقدار محدودی (حدود ۴٪ حجمی) فاز ثانویه B-O-Al-Zr-Y در نقاط سه گانه ZrB_2 با استفاده از آنالیز شیمیایی EDS شناسایی شده است (شکل ۱۱). احتمالاً این فاز توسط اکسیدهای اولیه مانند ZrO_2 و B_2O_3 در روی سطح پودر ZrB_2 حضور داشته و با کمک زینتر YAG در طول زینتر واکنش داده است و فاز مایع با نقطه ذوب پایین تشکیل شده است. فاز مایع به سرعت نفوذ انواع اتم‌ها و آرایش مجدد دانه‌ها کمک می‌کند و انتقال جرم را افزایش

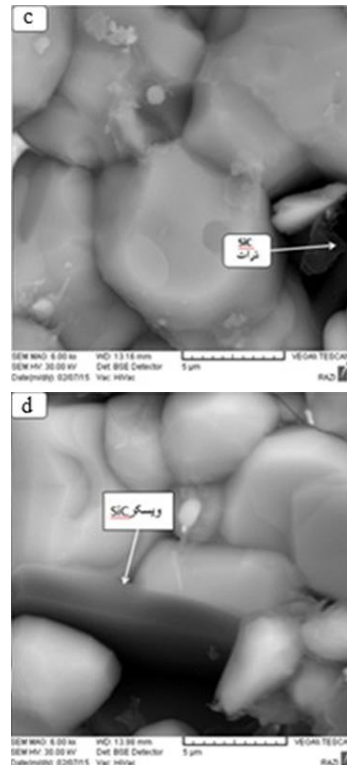
فاز آمورف موجود در اطراف ویسکر غنی از Si و O است. Si از طریق تقویت کننده‌ها وارد فاز مایع شده است و همچنین عناصر Al و Y موجود در فاز آمورف از اجزاء موجود در کمک زیتر می‌باشند. شکل ۱۲ آنالیز EDS مناطق سفید رنگ در تصویر SEM شکل ۱۱ را نشان می‌دهد. طبق آنالیز EDS فاز سفید رنگ WC می‌باشد که از طریق آسیاب وارد سیستم شده است.



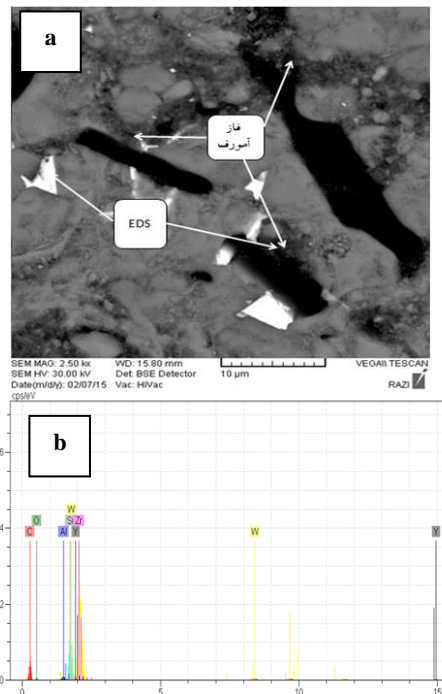
شکل ۱۲: آنالیز EDS از فاز سفید رنگ اطراف ویسکر.

تصویر شکل ۱۳ نشان می‌دهد ویسکرهای SiC بصورت یکنواخت در داخل زمینه توزیع شده و در مرزخانه‌ها قرار گرفته‌اند که این امر مانع از رشد افراطی دانه‌ها شده و منجر به ایجاد دانه‌های ZrB_2 یکنواخت و یکسان شده است. ذرات SiC مشاهده شده در زمینه نیز توزیع یکنواختی در زمینه نداشته و بیشتر بصورت آگلومره در آمده‌اند. در تصاویر SEM از نمونه‌های حاوی ۳۰ و ۴۰ درصد تقویت کننده مشاهده می‌شود که ویسکرهای SiC در نمونه‌های ZS30 و ZS40 تا اندازه‌ای در زمینه کامپوزیت توزیع شده‌اند. با وجود اینکه توزیع نسبتاً یکنواخت از تقویت کننده‌ها در زمینه قابل مشاهده است اما آگلومره شدن در ذرات SiC بیشتر مشاهده شده است.

تصاویر SEM از سطح شکست نمونه‌های ZS30 و ZS40 در شکل ۱۴ نشان داده شده است. بررسی سطح شکست نمونه‌های ZS30 و ZS40 نشان می‌دهد که ویسکرها در زمینه بخوبی توزیع شده‌اند و در مرزخانه‌ها قرار گرفته و مانع از رشد دانه‌ای شده‌اند. تصویر ۱۴ (b) نشان می‌دهد که در

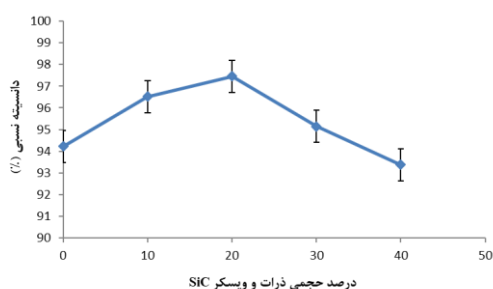


شکل ۱۰: تصویر SEM از ریزساختار نمونه‌ها: ZS30 (d) و ZS20 (c, ZS10 (b, Z (a)



شکل ۱۱: تصویر SEM (a) و آنالیز EDS (b) از فاز مایع اطراف ویسکر نمونه ZS30.

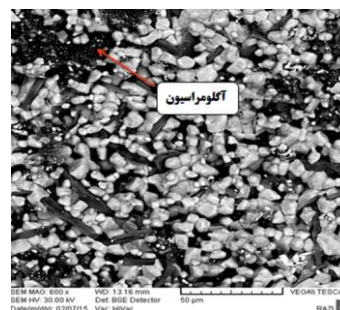
نسبی افزایش پیدا کرده است که می‌تواند به دلیل رشد یکنواخت دانه‌ها و حذف تخلخل‌ها باشد. با افزایش بیشتر تقویت‌کننده دانسیته نسبی کاهش یافته و با افزایش تقویت‌کننده تا ۴۰٪ دانسیته نسبی کاهش بیشتری پیدا کرده است. علت پایین بودن دانسیته نسبی نمونه‌ها با درصد بالای تقویت‌کننده، آگلومره شدن ذرات و ویسکرهاهای SiC و همچنین ظاهر متفاوت ویسکرها نسبت به ذرات است. ویسکرها نسبت طول به قطر بالایی دارند و این امر باعث شده تراکم‌سازی با مشکل مواجه شود و از انقباض ممانعت شود و در نتیجه دانسیته نسبی آن‌ها کمتر از کامپوزیت‌هایی است که با ذرات SiC تقویت شده‌اند. ملاحظه می‌شود که با افزودن ۲۰٪ حجمی تقویت‌کننده (۵٪ ویسکر و ۱۵٪ ذرات SiC) دانسیته نسبی ۹۷/۴۵٪ بدست آمده است که تقریباً معادل دانسیته نسبی در تحقیق چن [۴۱] می‌باشد. لازم به ذکر است که چن با روش پرس گرم در دمای 1800°C با ترکیب ۲۰٪ حجمی ویسکر SiC و ۲٪ حجمی ذرات SiC به این مقدار دانسیته نسبی رسیده است. طبیعی است در روش پرس داغ بطور همزمان دما و فشار اعمال می‌شود و رشد افراطی دانه و حبس تخلخل وجود ندارد. در روش زینتر بدون فشار درصدی تخلخل موجود بوده و خطر رشد بیش از حد دانه‌ها نیز وجود دارد که هر دو عامل کاهش خواص مکانیکی را به دنبال دارند [۴۲، ۴۳].



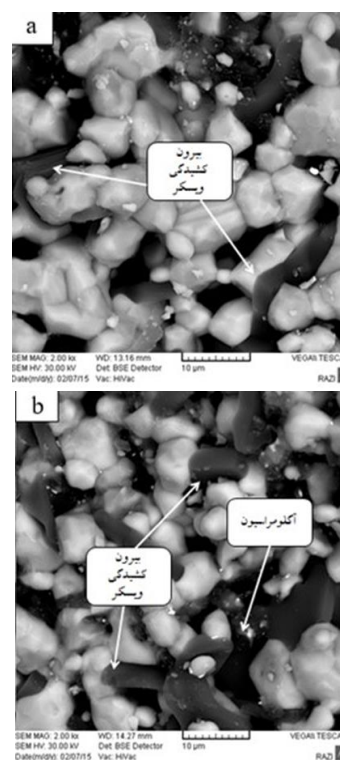
شکل ۱۵: دانسیته نسبی نمونه‌ها بر حسب تابعی از درصد حجمی تقویت‌کننده.

اندازه دانه زمینه ZrB_2 که با استفاده از روش انقطاع خطی و ایمپج تولز اندازه‌گیری شد در شکل ۱۶ نشان داده شده است.

نمونه‌ی ZS40 نسبت به ZS30 آگلومراسیون بیشتری اتفاق افتاده است.



شکل ۱۳: تصویر SEM از نمونه ZS40.



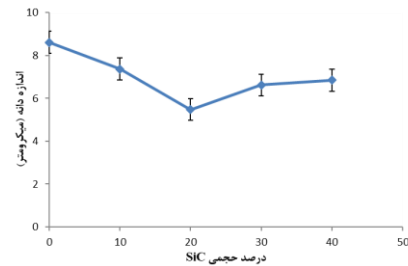
شکل ۱۴: تصویر SEM از سطح شکست کامپوزیت (a) نمونه ZS30 و ZS40.

۳-۳ اثر افزودن ویسکر و ذرات SiC بر خواص فیزیکی نانوکامپوزیت $\text{ZrB}_2\text{-SiC}$

دانسیته نسبی نمونه‌ها بصورت تابعی از درصد حجمی تقویت‌کننده در شکل ۱۵ نشان داده شده است. دانسیته نسبی نمونه‌ی Z (بدون تقویت‌کننده) ۹۴٪ می‌باشد که با افزودن ۱۰٪ تقویت‌کننده، دانسیته نسبی تا حدود ۹۶٪ افزایش یافته است. با افزایش بیشتر تقویت‌کننده تا ۲۰٪ حجمی، دانسیته

نتایج چقرمگی شکست بدست آمده به صورت تابعی از درصد حجمی تقویت کننده در شکل ۱۷ نشان داده شده است. نتایج نشان می دهد فاز تقویت کننده تا حدودی باعث افزایش چقرمگی شکست در کامپوزیت شده است. چقرمگی شکست سرامیک های بر پایه ZrB_2 به وجود ترک ها بستگی دارد. ترک های درون دانه ای منجر به چقرمگی شکست پایین و ترک های بین دانه ای منجر به چقرمگی شکست بالا می شوند [۴۴]. ذرات SiC در برابر مسیر ترک قرار گرفته و با انحراف ترک باعث می شوند که ترک مسیر بیشتری را طی کرده و انرژی ترک کاهش پیدا کند و در نهایت ترک متوقف شود. ذرات ریز (نانو) بیشتر باعث افزایش چقرمگی شکست می شوند. زیرا ذرات نانو انحراف بیشتری در میسر ترک ایجاد می کنند و از طرفی دیگر انرژی لازم برای شکست ساختارهای ریزدانه بالاتر می باشد و به همین دلیل باعث جذب انرژی توسط انحراف ترک در مرز دانه می شوند. و اما ویسکرها SiC به خاطر شکل ظاهری که دارد تاثیر گذاری بیشتری نسبت به ذرات SiC از خود نشان می دهد. ویسکرها SiC دارای نسبت طول به قطر بالا هستند که این نسبت بیشتر از ۱۰ برابر می باشد. ظاهر ویژه ویسکرها در توقف ترک بسیار تاثیر گذار است. هنگامی که ترک در برابر ویسکر قرار می گیرد به دلیل اینکه ویسکر دارای استحکام بالایی است ترک توانایی عبور از ویسکر را ندارد. در نتیجه ناگزیر به دور زدن ویسکر و کاهش انرژی خود است. انحراف ترک همان طور که گفته شد توسط ذرات (کروی) هم انجام می گیرد ولی ویسکر در این مکانیزم چندین برابر تاثیر گذاری بیشتری دارد [۴۰]. در شکل ۱۸ انحراف ترک توسط ویسکر و ریز ترک های اطراف ویسکر نشان داده شده است. بیرون کشیدگی ویسکر موجب افزایش چقرمگی شکست می شود. همان طور در شکل ۱۸ نشان داده شده است بیرون کشیدگی ویسکر قابل مشاهده است. بیرون زدن یک مکانیزم مهم در دستیابی به چقرمه کردن بهینه در کامپوزیت های زمینه سرامیکی تقویت شده با الیاف یا ویسکر می باشد. اگر اتصال فصل مشترک آن قدر قوی باشد که

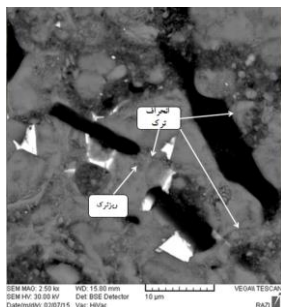
میانگین اندازه دانه ZrB_2 خالص $8/61 \mu m$ بوده است که با افزودن ۱۰٪ حجمی تقویت کننده SiC اندازه دانه زمینه کاهش پیدا کرده و به مقدار $7/37 \mu m$ رسیده است. با افزودن بیشتر تقویت کننده، اندازه دانه تا $48/55 \mu m$ کاهش پیدا کرده است. این نتایج نشان می دهد که تقویت کننده SiC تاثیر مثبتی بر روی کاهش اندازه دانه ها دارد زیرا فاز تقویت کننده در مرز دانه های فاز زمینه قرار گرفته و مانع از رشد دانه ها شده است. در تحقیقی که توسط ژانگ [۴۴] به روش پرس گرم (HP) انجام شد اندازه دانه زمینه ZrB_2 در کامپوزیت ZrB_2 -SiC با ۱۰ و ۲۰٪ حجمی ویسکر SiC به ترتیب $4/5 \mu m$ و $4/2 \mu m$ بوده است. با افزودن بیشتر ویسکر SiC اندازه دانه ها تا $4 \mu m$ کاهش پیدا کرده است. اندازه دانه در زینتر به روش پرس گرم کمتر از زینتر به روش بدون فشار می باشد [۴۴]. در جدول ۷ خلاصه ای از خواص نمونه های زینتر شده آورده شده است.



شکل ۱۶: اندازه دانه زمینه ZrB_2 بر حسب تابعی از درصد حجمی تقویت کننده.

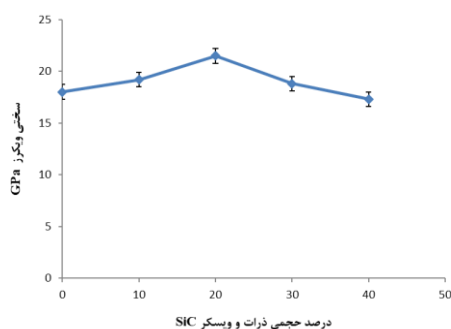
جدول ۷: دانسیته نسبی، درصد تخلخل باز، درصد انقباض و اندازه دانه نمونه های زینتر شده.

کد نمونه	ترکیب (Vol%)	دانسیته نسبی	درصد تخلخل	درصد انقباض	اندازه دانه زمینه (μm)
Z	ZrB_2 -3%YAG	۹۴/۲۳	۵/۷۷	۳۱/۰۹	۸/۶۱
ZS10	ZrB_2 -3%YAG-10%SiC	۹۶/۵۲	۲/۵۵	۳۳/۲۵	۷/۳۷
ZS20	ZrB_2 -3%YAG-20%SiC	۹۷/۴۵	۳/۴۸	۳۵/۶۴	۵/۴۸
ZS30	ZrB_2 -3%YAG-30%SiC	۹۵/۱۵	۴/۸۵	۲۸/۸۳	۶/۶۲
ZS40	ZrB_2 -3%YAG-40%SiC	۹۳/۳۸	۶/۶۲	۲۵/۳۷	۶/۸۵



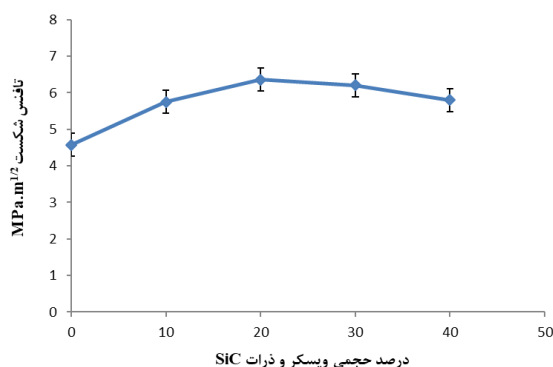
شکل ۱۸: SEM از انحراف ترک توسط ویسکر و ریز ترک‌های اطراف آن.

نتایج سختی بدست آمده از آزمون ویکرز بصورت نمودار در شکل ۱۹ نشان داده شده است. با توجه به نمودار سختی در شکل ۱۹، با افزایش تقویت کننده به علت کاهش تخلخل، سختی افزایش یافته و همچنین با افزایش تقویت کننده SiC تا ۲۰٪ حجمی، سختی افزایش بیشتری داشته و از ۳۰٪ حجمی سختی کامپوزیت کاهش می‌یابد. به نظر می‌رسد مکانیزم‌های مختلفی در کامپوزیت وجود دارد که شرایط را کنترل می‌کند. توزیع غیریکنواخت ذرات در زمینه و نیز تجمع ذرات در مرز دانه می‌توانند جزئی از این عوامل محسوب شوند. در مورد ذرات نانو نیز کاهش سختی در درصد های بالاتر به دلیل تشدید پدیده آگلومراسیون و توزیع غیر یکنواخت نانو ذرات SiC در زمینه می‌باشد. در نمونه ZS30 و ZS40 به دلیل وجود تخلخل از یک طرف و رشد دانه از طرفی دیگر سختی آن‌ها کاهش پیدا کرده است.



شکل ۱۹: سختی ویکرز بر حسب تابعی از درصد حجمی SiC.

بیرون زدگی نتواند انجام گیرد، ترک مستقیماً از میان الیاف عبور کرده و بیرون زدن یا پل زدن اتفاق نمی‌افتد. ماده در این حالت چقرمگی شکست پائینی را نشان می‌دهد و اگر اتصال فصل مشترک ضعیف باشد انحراف یا انفصال فصل مشترک را ممکن سازد. مکانیزم دیگری که باعث افزایش چقرمگی شکست کامپوزیت‌های ZrB_2 با تقویت کننده SiC می‌شود اختلاف ضریب انبساط حرارتی زمینه ZrB_2 و تقویت کننده SiC می‌باشد. زیرا این اختلاف از یک جهت باعث ایجاد میکروترک در کامپوزیت می‌شود. میکروترک موجب پخش تنش اعمالی بر روی تعدادی زیادی از ترک‌ها و افزایش چقرمگی شکست می‌شود. در کامپوزیت ZrB_2 -SiC میکروترک‌هایی در اطراف ویسکر ایجاد شده است که تمرکز تنش را کاهش داده و باعث افزایش چقرمگی شکست شده است. میکروترک‌ها در شکل ۱۸ در اطراف ویسکر نشان داده شده است. از طرف دیگر اثر افزودن تقویت کننده به زمینه در صورتی که ضریب انبساط حرارتی تقویت کننده بیشتر از زمینه باشد در هنگام سرد کردن تنش فشاری در اطراف دانه‌های زمینه بوجود می‌آید که باعث افزایش چقرمگی شکست می‌شود.



شکل ۱۷: چقرمگی شکست کامپوزیت بر حسب تابعی از درصد حجمی تقویت کننده SiC.

- [14] Y. Hua, S. Bai, H. Wan, X. Chen, T. Hu, J. Gong, *Journal of Materials Science*, **54**, 2019, 2016.
- [15] J. Kuang, T. Xiao, X. Hou, Q. Zheng, Q. Wang, P. Jiang, W. Cao, *Ceramics International*, **45**, 2019, 11660.
- [16] X. Lao, X. Xu, W. Jiang, J. Liang, L. Miao, Z. Bao, *Ceramics International*, **46**, 2020, 9225.
- [17] S. Wei, L. Guan, B. Song, B. Fan, B. Zhao, R. Zhang, *Ceramics International*, **45**, 2019, 9771.
- [18] Y. Luo, S. Zheng, S. Ma, C. Liu, J. Ding, X. Wang, *Ceramics International*, **44**, 2018, 10585.
- [19] Y.L. Chiew K.Y. Cheong, *Materials Science and Engineering: B*, **176**, 2011, 951.
- [20] S. Qadri, B. Rath, E. Gorzkowski, J. Feng, S. Qadri, J. Caldwell, *Journal of Applied Physics*, **118**, 2015, 104904.
- [21] M. Zawrah, M. Zayed, M.R. Ali, *Journal of Hazardous Materials*, **227**, 2012, 250.
- [22] J.G. Lee Cutler, *American Ceramic Society*, **16**, 1975, 195.
- [23] M. Lodhe, A. Selvam, A. Udayakumar, M. Balasubramanian, *Ceramics International*, **42**, 2016, 2393.
- [24] Y. Chiew K. Cheong, *Journal of Materials Science*, **47**, 2012, 5477.
- [25] A. Selvam, N. Nair, P. Singh, *Journal of Materials Science Letters*, **17**, 1998, 57.
- [26] J. Sulisty, T. Hata, H. Kitagawa, P. Bronsveld, M. Fujisawa, K. Hashimoto, Y. Imamura, *Journal of Materials Science*, **45**, 2010, 1107.
- [27] R. Pode, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, **53**, 2016, 1468.
- [28] X.F. Zhang, Z. Chen, Y. Feng, J. Qiu, J. Yao, *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, **6**, 2018, 1068.
- [29] R.V. Krishnarao, M.M. Godkhindi, *Ceramics international*, **18**, 1992, 35.
- [30] J.P. Chen, G. Song, Z. Liu, Q.Q. Kong, S.C. Zhang, C.M. Chen, *Journal of Alloys and Compounds*, **833**, 2020, 155072.
- [31] Z. Liu, C. Deng, C. Yu, X. Wang, J. Ding, H. Zhu, *Journal of Alloys and Compounds*, **777**, 2019, 26.
- [32] H. Wang, H. Zhang, Y. Bi, H. Li, Y. Chen, Q. Jia, *Ceramics International*, **46**, 2020, 12975.
- [33] M. Zhang, Z. Li, T. Wang, S. Ding, G. Qiu, J. Zhao, A. Meng, Q. Li, *Journal of Alloys and Compounds*, **780**, 2019, 690.
- [34] R. Krishnarao, *Journal of Materials Science Letters*, **12**, 1993, 1268.
- [۳۵] رضا اسلامی فارسانی، آرمان صدقی، فرشاد اخلاقی، "تاثیر عوامل مختلف بر میزان محصول کاربید سیلیسیم حاصل از پیرولیز سیوس برنج"، دومین کنگره سرامیک ایران، تهران، ۱۳۷۴.
- [36] W. Park, B. Joo, D. Choi, H. Kim, *Journal of Materials Science*, **40**, 2005, 5529.
- [37] X. Li, G. Zhang, R. Tronstad, O. Ostrovski, *Ceramics International*, **42**, 2016, 5668.
- [38] F. Niu, Y. Wang, S. Fu, L. Ma, C. Wang, *Ceramics International*, **43**, 2017, 12983.
- [39] S. Du, L. Xu, X. Zhang, P. Hu, W. Han, *Materials Chemistry and Physics*, **116**, 2009, 76.
- [40] D. Sciti, L. Pienti, D. Dalle Fabbriche, S. Guicciardi, L. Silvestroni, *Ceramics International*, **40**, 2014, 4819.
- [41] D. Chen, L. Xu, X. Zhang, B.M. P. Hu, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, **27**, 2009, 792.
- [42] S.Q. Guo, *Journal of the European Ceramic Society*, **29**, 2009, 995.
- [43] C. Hu, Y. Sakka, H. Tanaka, T. Nishimura, S. Guo, S. Grasso, *Journal of the European Ceramic Society*, **30**, 2010, 2625.
- [44] X. Zhang, L. Xu, W. Han, L. Weng, J. Han, S. Du, *Solid State Sciences*, **11**, 2009, 156.

۴- نتیجه گیری

در این تحقیق ابتدا نانو ویسکر و ذرات SiC از سیوس برنج با موفقیت سنتز شدند و سپس نمونه‌هایی با درصدهای متفاوت از ویسکر و ذرات SiC در دمای زینتر 2100°C ساخته شدند. نتایج حاکی از آن بود که افزودن ویسکرها و ذرات SiC به زمینه سرامیک ZrB_2 مانع از رشد دانه‌های کامپوزیت و کاهش اندازه دانه از $8/61\ \mu\text{m}$ به $5/48\ \mu\text{m}$ در نمونه حاوی ۲۰ درصد حجمی تقویت کننده شده است.

ویسکرها و ذرات SiC به عنوان تقویت کننده تا ۲۰ درصد حجمی باعث بهبود متراکم‌سازی و افزایش دانسیته نسبی نانو کامپوزیت تا $97/4\%$ و همچنین افزایش ۳۹ درصدی چقرمگی شکست نانو کامپوزیت نسبت به سرامیک ZrB_2 شده است. به عبارتی چقرمگی شکست از $4/57\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ به $6/36\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ افزایش پیدا کرده است. افزودن ویسکرها و ذرات SiC به زمینه ZrB_2 باعث افزایش ۱۹/۴ درصدی سختی نسبت به سرامیک ZrB_2 شده است.

مراجع

- [1] M.P. Teague, M.S. Thesis, Missouri University of Science and Technology, United States, 2008.
- [2] T. Zhu, L. Xu, X. Zhang, W. Han, P. Hu, L. Weng, *Journal of the European Ceramic Society*, **29**, 2009, 2893.
- [3] Q. Liu, W. Han, X. Zhang, S. Wang, J. Han, *Materials Letters*, **63**, 2009, 1323.
- [4] S. Chen, M. Hassanzadeh-Aghdam, R. Ansari, *Journal of Alloys and Compounds*, **767**, 2018, 632.
- [5] L. Lai, Y. Wu, Y. Yang, H. Wang, Z. Yang, G. Ding, *Journal of The Electrochemical Society*, **166**, 2019, 726.
- [6] Z. Liu, Q.Q. Kong, C.M. Chen, Q. Zhang, L. Hu, X.M. Li, P.D. Han, R. Cai, *RSC Advances*, **5**, 2015, 5946.
- [7] M. Qian, X. Xu, Z. Qin, S. Yan, *Composites Part B: Engineering*, **175**, 2019, 107096.
- [8] M. Sarangi, P. Nayak, T. Tiwari, *Composites Part B: Engineering*, **42**, 2011, 1994.
- [9] Y. Chen, C. Wang, B. Zhu, Y. Wang, Y. Liu, T. Tan, R. Gao, X. Lin, F. Meng, *Journal of Crystal Growth*, **357**, 2012, 42.
- [10] T. Yang, X. Chang, J. Chen, K.C. Chou, X. Hou, *Nanoscale*, **7**, 2015, 8955.
- [11] S.J. Yu, Z.F. Chen, Y. Wang, *Materials Science Forum*, **917**, 2018, 106.
- [12] W. Feng, J.T. Ma, D.S. Ai, W.Y. Yang, X.P. Lin, *Advanced Materials Research*, **465**, 2012, 182.
- [13] M.S. Asl, Z. Ahmadi, A.S. Namini, A. Babapoor, A. Motallebzadeh, *Ceramics International*, **45**, 2019, 19808.