

## بررسی تاثیر استفاده از نانوذرات آلومینا بر خواص کامپوزیت‌های آلومینا-کاربید سیلیسیم اتصال مولایتی تهیه شده به روش ریخته‌گری ژل

ندا ذاکری، ساسان اطرج\* و محمدرضا سائری

دانشکده فنی، دانشگاه شهرکرد، شهرکرد، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۲/۰۹/۱۲، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۲/۱۱/۰۱، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۲/۱۲/۰۳

### چکیده

در این تحقیق ساخت کامپوزیت‌های آلومینا-کاربید سیلیسیم با اتصال مولایتی از طریق روش ریخته‌گری ژل مد نظر قرار گرفت و سپس تاثیر استفاده از نانوذرات آلومینا بر خواص این نوع کامپوزیت‌ها مشخص و با تاثیر میکروذرات آلومینا مقایسه شد. همچنین برای ساخت این نوع کامپوزیت‌ها از سل نانوسیلیس برای روش ریخته‌گری ژل استفاده شد. جهت تعیین دمای مناسب پخت و تعیین رفتار حرارتی از آنالیز حرارتی همزمان استفاده شد. همچنین خواص فیزیکی، استحکام خمشی، درجه اکسیداسیون، آنالیز فازی و ریزساختار این کامپوزیت‌ها پس از پخت در دمای  $1300^{\circ}\text{C}$  بررسی شد. نتایج نشان داد که استفاده از نانوذرات آلومینا تاثیر زیادی روی میزان فاز مولایت و در نتیجه بر روی استحکام و ریزساختار این نوع کامپوزیت‌ها دارد. بدلیل سطح ویژه بالای نانوذرات آلومینا استفاده از آن باعث تشکیل مقدار فاز مولایت بیشتر در دمای پایین‌تر می‌شود. همچنین استفاده از نانوذرات آلومینا تخلخل کامپوزیت را کاهش می‌دهد و از اکسیداسیون بیشتر ذرات کاربید سیلیسیم در ترکیب کامپوزیت جلوگیری می‌کند.

واژه‌های کلیدی: نانوآلومینا، کامپوزیت، کاربید سیلیسیم، مولایت، ریخته‌گری ژل.

### ۱- مقدمه

کامپوزیت‌های آلومینا-کاربید سیلیسیم و کامپوزیت‌هایی با زمینه  $\text{Si}_3\text{N}_4$  یا  $\text{SiC}$  تقویت شده با الیاف پیوسته  $\text{SiC}$  و کربن اشاره نمود [۱،۲]. مولایت نیز از فازهای مهم سرامیکی است و دارای خواصی همانند ضریب انبساط حرارتی و هدایت حرارتی کم، مقاومت به خزش و خوردگی بسیار خوب، شفافیت در برابر اشعه مادون قرمز و ثابت دی‌الکتریک پایین است که باعث گردیده تا مولایت به عنوان یک ماده مناسب برای بسیاری از کاربردها مطرح گردد. همچنین از مولایت می‌توان به عنوان یک فاز اتصالی در بسیاری از بدنه‌های سرامیکی و کامپوزیت‌ها

بزرگترین نقطه ضعف سرامیک‌ها در مقایسه با دیگر مواد بویژه فلزات، چقرمگی شکست فوق‌العاده پایین آنها می‌باشد که در عمل این مواد را در برابر رشد ترک بسیار حساس کرده است. بنابراین نیاز شدیدی به افزایش چقرمگی سرامیک‌ها احساس می‌شود. یکی از راه‌های مهم دستیابی به چقرمگی بالاتر، تهیه کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی است. از جمله عمده‌ترین کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی می‌توان به کامپوزیت‌های کربن-کربن،

\*عهده‌دار مکاتبات: ساسان اطرج

نشانی: شهرکرد، دروازه سامان، دانشگاه شهرکرد، دانشکده فنی

تلفن: ۰۳۸۱-۴۴۲۴۴۰۱، دورنگار: ۰۳۸۱-۴۴۲۴۴۳۸، پست الکترونیکی: sasan.atroj@gmail.com

ریخته‌گری ژل روش‌های بسیار مؤثر برای ساخت این کامپوزیت‌ها می‌باشند زیرا فاز دوم تا حد ممکن در زمینه پخش می‌شود و پخت نیز می‌تواند در دماهای پایین‌تری انجام شود [۹-۲۰].

در این تحقیق از دو نوع آلومینا در ساخت کامپوزیت‌های آلومینا-کاربید سیلیسیم با اتصال مولایتی از طریق روش ریخته‌گری ژل استفاده شده است. بدین منظور از نانوذرات و میکروذرات آلومینا جهت ساخت استفاده شده و تاثیر آنها بر خواص این نوع کامپوزیت‌ها مورد بررسی قرار گرفته و باهم مقایسه شده است. در این ارتباط خواص فیزیکی، استحکام خمشی، درجه اکسیداسیون کاربید سیلیسیم موجود در ترکیب کامپوزیت، ترکیب فازی و ریزساختار این نوع کامپوزیت‌ها پس از پخت در دمای  $1300^{\circ}\text{C}$  بررسی شده است. همچنین رفتار حرارتی ترکیب این نوع کامپوزیت‌ها با این دو نوع آلومینا نیز مورد بررسی قرار گرفته است.

## ۲- فعالیت‌های تجربی

### ۲-۱- مواد و روش آزمایش

دو نوع آلومینا با اندازه ذرات متفاوت به صورت میکروآلومینا (آلومینای کلسینه شده محصول شرکت فیبرونای هند، HTM 10) و نانوالومینا (شرکت نویتربنو) برای ساخت این نوع کامپوزیت استفاده شد که در جدول ۱ ویژگی‌های آنها ارائه شده است.

جدول ۱: ویژگی‌های انواع آلومینای مصرفی.

نوع آلومینا	متوسط اندازه ذرات	سطح ویژه ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	خلوص ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ wt.%)
میکروآلومینا	$4 \mu\text{m}$	۱	۹۹/۶۰
نانوالومینا	۸۱ nm	۵۰	۹۹/۵۰

کاربید سیلیسیم محصول (محصول شرکت آیانگ مینگرو چین) نیز با متوسط اندازه ذرات ۴۵ میکرومتر و خلوص ۹۶ درصد مورد استفاده قرار گرفت. سل نانو سیلیس (محصول شرکت مواد شیمیایی بی ای هند) نیز برای ایجاد جریان یابی برای ترکیب جهت ریختن در قالب و ژل شدن آن و همچنین جهت تشکیل فاز مولایت

استفاده نمود [۳،۴]. اما عیب اصلی مولایت همانند دیگر سرامیک‌ها چقرمگی پایین آن است که در این ارتباط یکی از روش‌های مؤثر در جهت حل این مشکل تشکیل کامپوزیت‌های سرامیکی است [۵]. در دو دهه اخیر تلاش‌های بسیاری در جهت بهبود خواص مولایت با تقویت کننده‌های صفحه‌ای و ذرات بویژه کاربید سیلیسیم، زیرکونیا و آلومینا انجام شده است [۶،۷].

در این ارتباط ضریب انبساط حرارتی مولایت و کاربید سیلیسیم به هم نزدیک است. بنابراین ساخت بدنه‌ای از مولایت و کاربید سیلیسیم ممکن است و تافنس شکست بدنه حاصل به صورت قابل ملاحظه‌ای از دو ماده تشکیل دهنده بالاتر خواهد بود [۳،۸]. از طرف دیگر کاربید سیلیسیم نیز همانند مولایت بدلیل مقاومت شیمیایی و استحکام دما بالای زیاد بسیار مورد توجه می‌باشد. کاربید سیلیسیم ماده جالب برای کامپوزیت‌سازی است چون خصوصیات ترمودینامیکی و مقاومت به اکسیداسیون خوبی از خود نشان می‌دهد، همچنین پایداری حرارتی و شیمیایی عالی و ضریب انبساط حرارتی پایینی دارد.

علاوه بر این خصوصیات مکانیکی آن تا محدوده  $1500-1300^{\circ}\text{C}$  پایدار می‌ماند و باعث کاهش انقباض ناشی از پخت می‌شود [۹-۲۰]. اما همانند مولایت از مقاومت به شکست پایینی برخوردار است که کاربرد آن را محدود کرده است. بنابراین با ساخت کامپوزیتی از این دو ماده می‌توان به بدنه‌ای با خواص خوب همراه با چقرمگی مناسب دست یافت. مجموع این خصوصیات محصول را برای کاربردهایی مانند ساخت ابزار مقاوم به خوردگی و لایه‌های میکروالکترونیکی و همچنین ساخت پنجره‌های متخلخل تصفیه کننده مذاب فلزات و بدنه‌های دیرگداز نیز مناسب می‌سازد [۱۵].

بطور کلی روش‌های رایج برای ساخت این نوع کامپوزیت‌ها سینترینگ بدون فشار و پرس گرم است و در طول دهه اخیر، تحقیقات زیادی برای اصلاح خصوصیات فرآیند ساخت و خصوصیات آنها انجام شده است [۳-۵]. در این ارتباط روش‌های مختلفی نیز برای شکل‌دهی این نوع کامپوزیت‌ها وجود دارد که ریخته‌گری دوغابی، سل-ژل، ریخته‌گری ژل، ساخت به کمک تجزیه حرارتی پلیمرها و CVD و غیره از این قبیل هستند. اما روش‌های سل-ژل و

استفاده شد. آنالیز شیمیایی و خواص فیزیکی این نانوسل در جدول ۲ نشان داده شده است.

جدول ۲: ویژگی‌های سل نانوسیلیس مصرفی.

متوسط اندازه ذرات (nm)	سطح ویژه (m <sup>2</sup> /g)	نسبت سیلیس به سودا (w/w, %)	pH
۳	۲۵۰	۷۰	۹/۵

با توجه به ترکیب این نوع کامپوزیت‌ها که در منابع مختلف به آن اشاره شده است مقادیر ۴۰ درصد وزنی کاربرد سیلیسیم و ۶۰ درصد وزنی آلومینا در نظر گرفته شد [۹-۱۸]. همچنین مقدار سل نانوسیلیس نیز تا حد جریان یافتن مخلوط و ایجاد شرایط مناسب جهت ریختن در قالب اضافه شد.

در این ارتباط با توجه به بالا بودن سطح ویژه نانوذرات آلومینا مقدار سل نانوسیلیس بیشتری برای ترکیب حاوی نانوذرات آلومینا نسبت به ترکیب حاوی میکروذرات آلومینا استفاده شد. برای تغییر سل و تبدیل آن به ژل از پودر میکرونی اکسید منیزیم با خلوص آزمایشگاهی استفاده شد. بدین منظور مقدار اکسید منیزیم بر اساس ۰/۰۴ درصد سل نانوسیلیس استفاده شده در ترکیب در نظر گرفته شد.

## ۲-۲- روش ساخت نمونه‌ها

ابتدا مقدار مورد نیاز از آلومینا و کاربرد سیلیسیم توزین و سپس به صورت تجربی مقدار سل نانوسیلیس لازم جهت تشکیل ترکیبی مناسب برای ریختن در قالب بدست آورده شد. پس از تعیین مقدار سل نانوسیلیس مخلوط حاصل توسط بالمیل به مدت ۲ ساعت آسیاب و مخلوط گردید. مخلوط بدست آمده درون قالب‌های پلاستیکی با ابعاد استاندارد ریخته شد که برای پر کردن بهتر قالب از دستگاه ویبراسیون به مدت لازم نیز بهره گرفته شد. به ترکیب ریخته شده در قالب درب بسته به مدت ۲۴ ساعت زمان داده شد تا فرآیند تبدیل به ژل شدن رخ دهد، سپس نمونه‌ها پس از خروج از قالب در خشک‌کن با دمای ۴۵ °C درجه و رطوبت ۶۵ درصد نسبی خشک شدند. نمونه‌ها پس از خشک شدن در دمای ۱۳۰۰ °C به مدت

۳ ساعت پخت داده شدند. دمای پخت مورد استفاده بر اساس نتایج آنالیز حرارتی همزمان انتخاب شد.

## ۳-۲- روش‌های ارزیابی خواص

جهت تعیین چگالی و درصد تخلخل از روش غوطه‌وری مطابق با روش استاندارد (ASTM-C373-88) استفاده شد. همچنین استحکام خمشی نمونه‌ها نیز از طریق روش بارگذاری سه نقطه‌ای و مطابق با روش استاندارد (ASTM-C1161-02) اندازه‌گیری شد. درجه اکسیداسیون کاربرد سیلیسیم موجود در ترکیب بدنه کامپوزیت طبق رابطه ۱ محاسبه شد که  $W_1$  و  $\Delta W$  به ترتیب مقدار کاربرد سیلیسیم اولیه و تغییر وزن نمونه بعد از پخت در ۱۳۰۰ °C می‌باشد [۹]:

$$(1) \quad 100 \times (2\Delta W / W_1) = \text{درجه اکسیداسیون}$$

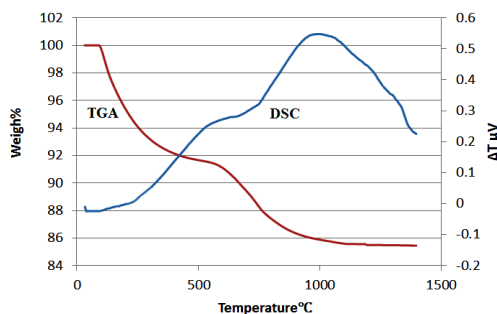
رفتار حرارتی نمونه‌های حاوی میکروذرات آلومینا و نمونه‌های حاوی نانوذرات آلومینا توسط دستگاه آنالیز حرارتی همزمان STA (PL-STA1640, England) شامل TGA و DSC تا دمای ۱۴۰۰ °C و با نرخ حرارت‌دهی ۵ °C/min ارزیابی شد. فازهای تشکیل شده پس از پخت در دمای ۱۳۰۰ °C نیز با استفاده از دستگاه پراش اشعه ایکس (Bruker, D8ADVANCE, Germany) شناسایی شد. همچنین از نرم‌افزار این دستگاه X'Pert Highscore برای آنالیز نیمه کمی و تعیین درصد فاز مولایت تشکیل شده استفاده شد. به منظور مشاهده تفاوت اثر استفاده از میکروذرات آلومینا و نانوذرات آلومینا بر ریزساختار بدنه سینتر شده از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (JEOL 4010) FE-SEM استفاده شد.

## ۳- نتایج و بحث

### ۳-۱- بررسی رفتار حرارتی

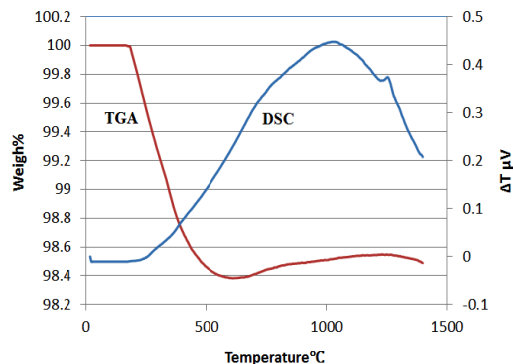
نتایج آنالیز حرارتی همزمان (STA) مربوط به ترکیب پخته نشده حاوی میکروذرات آلومینا در شکل ۱ نشان داده شده است.

کامپوزیت و در جهت تشکیل فاز مولایت  $1300^{\circ}\text{C}$  می‌باشد که برای پخت نمونه‌ها و بررسی ویژگی‌های آنها در ادامه مورد استفاده قرار گرفت. نتایج آنالیز حرارتی همزمان مربوط به ترکیب پخته نشده حاوی نانوذرات آلومینا در شکل ۲ نشان داده شده است.



شکل ۲: STA ترکیب پخته نشده حاوی نانوذرات آلومینا.

با توجه به نتایج TGA شکل ۲ نیز مشخص می‌شود که با افزایش دما در حوالی دمای  $125^{\circ}\text{C}$  کاهش وزنی در ترکیب شروع می‌شود و تا دمای  $1000^{\circ}\text{C}$  نیز به صورت دو مرحله‌ای ادامه می‌یابد. در مقایسه با ترکیب پخته نشده حاوی میکروذرات آلومینا (شکل ۱) کاهش وزن بیشتری مشاهده می‌شود که بدلیل استفاده بیشتر سل نانوسیلیس جهت ایجاد ترکیب قابل ریختن در قالب بوده است. همانطوریکه اشاره به بالا بودن سطح ویژه نانوذرات آلومینا شد مقدار سل نانوسیلیس بیشتری برای ترکیب حاوی نانوذرات آلومینا نسبت به ترکیب حاوی میکروذرات آلومینا مصرف شده است. بنابراین مقدار گروه‌های هیدروکسیل بیشتری نیز در ترکیب موجود بوده و با خروج آنها کاهش وزن ایجاد می‌شود. این کاهش وزن می‌تواند بدلیل وضعیت متفاوت اتصال هیدروکسیل‌ها و همچنین وضعیت تخلخل‌های بدنه بویژه تخلخل‌های سطحی که طی دو مرحله اتفاق افتاده باشد. اما بر خلاف ترکیب پخته نشده حاوی میکروذرات آلومینا افزایش وزن ناشی از اکسیداسیون ذرات کاربید سیلیسیم در ترکیب حاوی نانوذرات آلومینا دیده نمی‌شود. بطوریکه با افزایش دما از  $1100^{\circ}\text{C}$  تقریباً وزن ترکیب ثابت مانده است. بنابراین می‌توان انتظار داشت که مقدار کاربید سیلیسیم بیشتری در ترکیب پس از پخت باقی بماند. با توجه به



شکل ۱: STA ترکیب پخته نشده حاوی میکروذرات آلومینا.

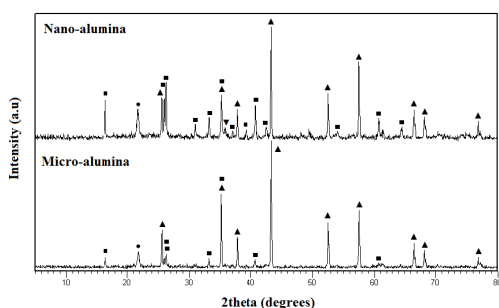
با توجه به نتایج TGA شکل ۱ مشخص می‌شود که با افزایش دما در حوالی دمای  $250^{\circ}\text{C}$  کاهش وزنی در ترکیب شروع می‌شود و تا دمای  $600^{\circ}\text{C}$  نیز ادامه دارد. بطور کلی این کاهش وزن می‌تواند مربوط به خروج گروه‌های هیدروکسیل (Si-OH) تشکیل شده در فرآیند ژلاسیون از ترکیب باشد. نتایج نشان داده است که خروج باقیمانده گروه‌های هیدروکسیل می‌تواند حتی تا دمای  $1000^{\circ}\text{C}$  نیز ادامه داشته باشد. همچنین در نتایج افزایش وزنی در بالای دمای  $600^{\circ}\text{C}$  دیده می‌شود که با افزایش دما مقدار آن نیز زیاد می‌شود و در دمای  $1250^{\circ}\text{C}$  به حداکثر مقدار خود می‌رسد و پس از آن مقداری کاهش نشان می‌دهد. این کاهش وزن ایجاد شده می‌تواند به اکسیداسیون ذرات کاربید سیلیسیم در ترکیب مربوط باشد. بطور کلی مشخص شده است که اکسید شدن ذرات SiC به آهستگی از  $750^{\circ}\text{C}$  تا  $1200^{\circ}\text{C}$  اتفاق می‌افتد ولی از  $1200^{\circ}\text{C}$  تا  $1400^{\circ}\text{C}$  با سرعت بیشتری صورت می‌گیرد [۹-۱۸]. بدلیل اینکه پخت نمونه‌ها در اتمسفر معمولی (هوا) صورت گرفته است بنابراین اکسیداسیون ذرات کاربید سیلیسیم این ذرات اتفاق می‌افتد که در نتایج نیز دیده می‌شود. با توجه به نتایج DSC شکل ۱ مشخص می‌شود که یک پیک گرمایی متناسب با کاهش وزن نمونه وجود دارد. بطور کلی خروج گروه‌های هیدروکسیل گرمایی است و در محدوده دمایی وسیعی نیز اتفاق می‌افتد. اما با توجه به نتایج یک پیک گرمایی واضح در دمای  $1300^{\circ}\text{C}$  دیده می‌شود که می‌تواند به تشکیل فاز مولایت در ترکیب مربوط باشد. بنابراین با توجه به نتایج دمای پخت مناسب برای این نوع



را می‌توان به تخلخل‌های کمتر بدنه در مقایسه با ترکیب حاوی میکروذرات آلومینا نسبت داد. تخلخل‌های کمتر بدنه حاوی نانوذرات آلومینا و احتمالاً اندازه‌های کوچکتر این تخلخل‌ها باعث می‌شود تا خروج گروه‌های هیدروکسیل از بدنه نتواند راحت صورت گیرد و بنابراین احتیاج به دماهای بالاتر برای خروج باقیمانده این گروه‌ها باشد.

### ۳-۳- بررسی آنالیز فازی

نتایج الگوهای پراش اشعه ایکس مربوط به کامپوزیت ساخته شده با میکروذرات و نانوذرات آلومینا در شکل ۴ نشان داده شده است.



شکل ۴: الگوی XRD کامپوزیت ساخته شده با آلومینای میکرو و نانو (▼: SiC, ■: Mullite, ▲: Corundum, ●: Cristobalite).

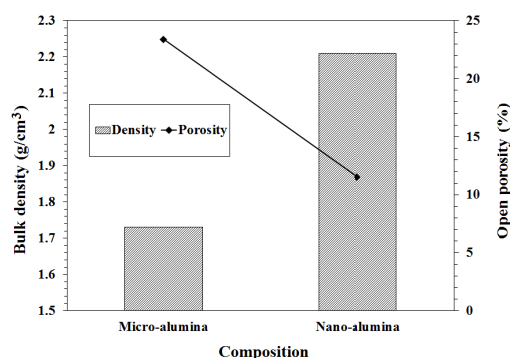
نتایج حاصل نشان می‌دهند که در کامپوزیت ساخته شده با میکروذرات آلومینا فاز مولایت تشکیل شده است ولی اثری از فاز کاربید سیلیسیم مورد استفاده در ترکیب اولیه دیده نمی‌شود. با توجه به استفاده از اتمسفر هوای معمولی جهت پخت نمونه‌ها مشخص می‌شود که عمده کاربید سیلیسیم استفاده شده در ترکیب اولیه دچار اکسیداسیون شده و بنابراین در نتایج آنالیز دیده نمی‌شود. این نتایج تائید کننده نتایج TGA (شکل ۱) نیز می‌باشد.

اما نتایج شکل ۴ نشان می‌دهد که استفاده از نانوذرات آلومینا باعث تشکیل مقدار فاز مولایت خیلی بیشتری در مقایسه با ترکیب حاوی میکروذرات آلومینا شده است. از مهمترین دلایل این امر بالا بودن سطح ویژه نانوذرات آلومینا می‌باشد که باعث می‌گردد تا واکنش پذیری خیلی بیشتری با سیلیس موجود در ترکیب داشته باشد. بدلیل اینکه فاز مولایت یک فاز اتصالی در این نوع کامپوزیت‌ها

نتایج DSC شکل ۲ مشخص می‌شود که یک پیک گرمگیر متناسب با کاهش وزن نمونه طی دو مرحله وجود دارد. همچنین یک پیک گرمزای مربوط به تشکیل فاز مولایت در دمای  $1100^{\circ}\text{C}$  بطور غیرواضح دیده می‌شود که نشان می‌دهد در حضور نانوذرات آلومینا تشکیل فاز مولایت می‌تواند در دمای پایین‌تری شروع شود اما تکمیل فرآیند تشکیل مولایت می‌تواند تا دمای  $1250^{\circ}\text{C}$  نیز ادامه داشته باشد.

### ۳-۲- بررسی چگالی و میزان تخلخل

نتایج تاثیر نوع آلومینا بر چگالی و میزان تخلخل بدنه کامپوزیت در شکل ۳ نشان داده شده است.



شکل ۳: تاثیر نوع آلومینا بر چگالی و میزان تخلخل بدنه کامپوزیت.

با توجه به نتایج شکل ۳ مشاهده می‌شود که میزان چگالی بدنه‌های ساخته شده با روش ریخته‌گری ژل بدلیل ماهیت این روش نسبتاً پایین است. اما نتایج شکل ۳ نشان می‌دهد که استفاده از نانوذرات آلومینا در ترکیب کامپوزیت منجر به افزایش قابل توجه چگالی و کاهش چشمگیر میزان تخلخل بدنه کامپوزیت شده است. بطور کلی نانوذرات آلومینا بدلیل اندازه بسیار کوچکترشان نسبت به میکروذرات آلومینا می‌توانند در بین ذرات کاربید سیلیسیم موجود در ترکیب بهتر قرار گیرند و تخلخل‌ها را بیشتر پر کنند. همچنین سطح ویژه بالای نانوذرات آلومینا باعث می‌شود تا فرآیند سینترینگ بدنه کامپوزیت بهتر صورت گیرد که این امر نیز منجر به کاهش بیشتر تخلخل‌ها و در نتیجه افزایش چگالی بدنه کامپوزیت می‌شود. همچنین رفتار متفاوت خروج گروه‌های هیدروکسیل در ترکیب حاوی نانوذرات آلومینا (شکل ۲)

همانطوریکه نتایج شکل ۵ نشان می‌دهد مقادیر استحکام خمشی این نوع بدنه‌ها که از روش ریخته‌گری ژل بدست آمده است بدلیل بالا بودن میزان تخلخل بدنه (شکل ۳) نسبتاً پایین می‌باشد.

اما با توجه به نتایج شکل ۵ ترکیب حاوی نانوذرات آلومینا از استحکام خمشی بالاتری نسبت به ترکیب حاوی میکروذرات آلومینا برخوردار است. این امر می‌تواند بدلیل کمتر بودن میزان تخلخل بدنه کامپوزیت تهیه شده از نانوذرات آلومینا نسبت به بدنه تهیه شده از میکروذرات آلومینا (شکل ۳) باشد. همچنین مقدار بیشتر فاز مولایت تشکیل شده در بدنه کامپوزیت تهیه شده با نانوذرات آلومینا (شکل ۴) باعث افزایش بیشتر استحکام مکانیکی این نوع کامپوزیت نیز می‌شود. از طرف دیگر نتایج شکل ۵ نشان می‌دهد که نوع آلومینای مصرفی تاثیر زیادی بر درجه اکسیداسیون ذرات کاربید سیلیسیم در ترکیب کامپوزیت دارد.

مطابق نتایج شکل ۵ استفاده از نانوذرات آلومینا باعث شده است تا میزان کاربید سیلیسیم کمتری دچار اکسیداسیون شود و در نتیجه درجه اکسیداسیون کمتری بدست آید. این امر با توجه به نتایج آنالیز فازی شکل ۴ نیز همخوانی دارد.

اما با مقایسه نتایج درجه اکسیداسیون شکل ۵ با میزان تخلخل بدنه کامپوزیت (شکل ۳) مشخص می‌شود که درجه اکسیداسیون کاربید سیلیسیم در ترکیب کامپوزیت ارتباط مستقیم با میزان تخلخل بدنه کامپوزیت دارد بطوریکه با کاهش میزان تخلخل از درجه اکسیداسیون نیز کاسته می‌شود. بطور کلی تخلخل‌های موجود در ریزساختار می‌توانند باعث عبور بیشتر گاز اکسیژن به داخل ترکیب و در نتیجه اکسیداسیون بیشتر ذرات کاربید سیلیسیم گردند. بنابراین با کاهش میزان و اندازه تخلخل‌های بدنه کامپوزیت از میزان درجه اکسیداسیون نیز کاسته خواهد شد.

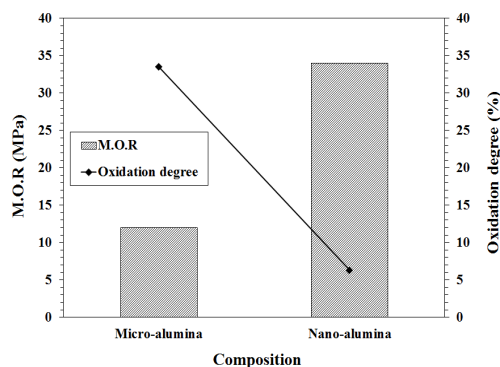
### ۳-۵- بررسی‌های ریزساختاری

تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مربوط به ریزساختار کامپوزیت ساخته شده با استفاده از میکروذرات آلومینا در شکل‌های ۶ و ۷ نشان داده شده است.

محسوب می‌شود بنابراین می‌توان انتظار داشت خواص مکانیکی کامپوزیت همانند استحکام، بهبود قابل توجه‌ای را پیدا کند. بطور کلی سیلیس موجود در ترکیب برای تشکیل فاز مولایت می‌تواند از سیلیس آمورف ایجاد شده ناشی از اکسیداسیون سطح ذرات کاربید سیلیسیم و یا سیلیس ناشی از سل استفاده شده تامین شود. از طرف دیگر نتایج شکل ۴ نشان می‌دهند که در ترکیب حاوی نانوذرات آلومینا فاز کاربید سیلیسیم قابل شناسایی است و در بدنه باقیمانده است. بنابراین نانوذرات آلومینا می‌تواند از اکسیداسیون بیشتر کاربید سیلیسیم در دمای پخت مورد استفاده جلوگیری کند. یکی از دلایل این امر را می‌توان به افزایش فشردگی بدنه با حضور نانوذرات آلومینا و کاهش تخلخل‌ها بویژه تخلخل‌های سطحی نسبت داد (شکل ۳). در این شرایط با افزایش فشردگی سطح و کاهش تخلخل‌های سطحی ورود اکسیژن به داخل نمونه محدودتر می‌شود و بنابراین از اکسیداسیون بیشتر کاربید سیلیسیم جلوگیری می‌شود. همچنین در ترکیب کامپوزیت حاوی نانوذرات آلومینا فاز کریستوبالیت بیشتری دیده می‌شود که می‌تواند بدلیل استفاده بیشتر سل سیلیس در ترکیب باشد که با افزایش دما به صورت فاز کریستوبالیت کریستالیزه شده است.

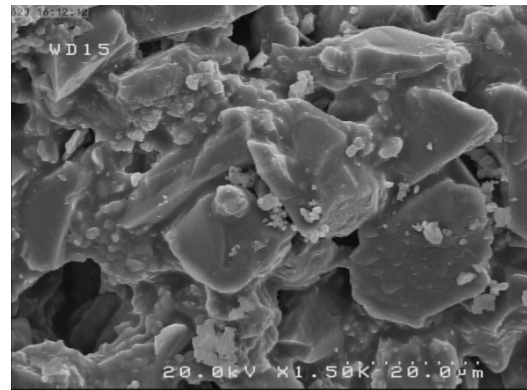
### ۳-۴- استحکام خمشی و درجه اکسیداسیون

نتایج تاثیر نوع آلومینا بر استحکام خمشی و درجه اکسیداسیون بدنه کامپوزیت در شکل ۵ نشان داده شده است.

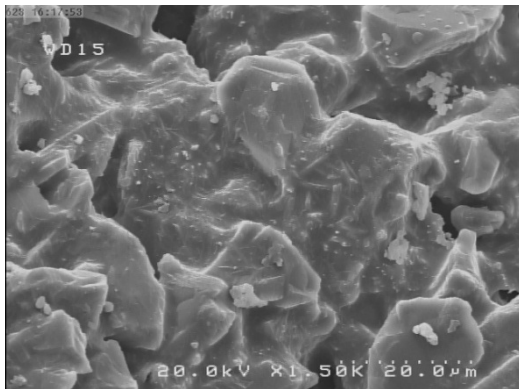


شکل ۵: تاثیر نوع آلومینا بر استحکام خمشی و درجه اکسیداسیون بدنه کامپوزیت.

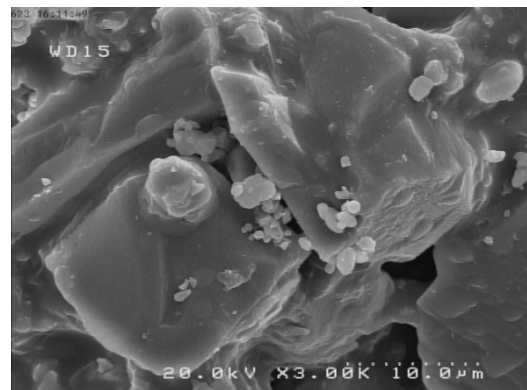
صورت ذرات سوزنی شکل نسبت به کامپوزیت ساخته شده با میکروذرات آلومینا دیده می‌شود و در همه جای ساختار نیز حضور دارد. همچنین با توجه به تصاویر مشخص می‌شود که ریزساختار کامپوزیت ساخته شده با نانوذرات آلومینا میزان تخلخل خیلی کمتری نسبت به کامپوزیت ساخته شده با میکروذرات آلومینا دارد. این امر باعث می‌شود تا ورود اکسیژن به داخل ترکیب کاهش یافته و در نتیجه مقاومت این کامپوزیت نسبت به اکسیداسیون ذرات کاربید سیلیسیم بیشتر شود.



شکل ۶: تصویر میکروسکوپ الکترونی مربوط به ریزساختار کامپوزیت مولایت-کاربید سیلیسیم حاوی میکروذرات آلومینا.

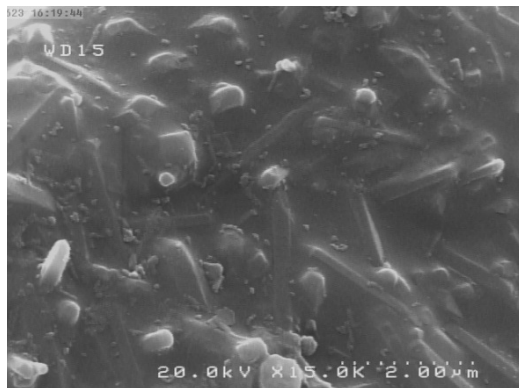


شکل ۸: تصویر میکروسکوپ الکترونی مربوط به ریزساختار کامپوزیت مولایت-کاربید سیلیسیم حاوی نانوذرات آلومینا.



شکل ۷: تصویر میکروسکوپ الکترونی مربوط به ریزساختار کامپوزیت مولایت-کاربید سیلیسیم حاوی میکروذرات آلومینا.

با توجه به تصویر ارائه شده در شکل ۱۰ که بزرگنمایی بالاتری را از ریزساختار کامپوزیت حاوی نانوذرات آلومینا ارائه می‌کند مشخص می‌شود که بین ذرات ترکیب کامپوزیت فاز سوزنی شکل مولایت به خوبی تشکیل شده و رشد یافته است.



شکل ۹: تصویر میکروسکوپ الکترونی مربوط به ریزساختار کامپوزیت مولایت-کاربید سیلیسیم حاوی نانوذرات آلومینا.

با توجه به تصاویر دیده می‌شود ریزساختار کامپوزیت تشکیل شده است از دانه‌ها و ذرات مختلفی که طبق آنالیز فازی (شکل ۴) عمدتاً فاز کوراندوم می‌باشد. این دانه‌ها از طریق یک فاز اتصال به یکدیگر متصل شده‌اند که این فاز اتصال ترکیبی از مولایت و کریستوبالیت می‌باشد. اما با توجه به تصاویر ریزساختار کامپوزیت حاصل دارای تخلخل‌های بین دانه‌ای زیادی است که وجود آنها می‌تواند به ورود اکسیژن و اکسیداسیون بیشتر ذرات کاربید سیلیسیم این ترکیب منجر شده باشد.

تصاویر میکروسکوپ الکترونی مربوط به ریزساختار کامپوزیت ساخته شده با استفاده از نانوذرات آلومینا در شکل‌های ۸ و ۹ نشان داده شده است. با توجه به تصاویر ارائه شده مشخص می‌شود که کامپوزیت ساخته شده با نانوذرات آلومینا دارای اتصالات بیشتری بین ذرات می‌باشد که در این فاز اتصال مولایت بیشتری به

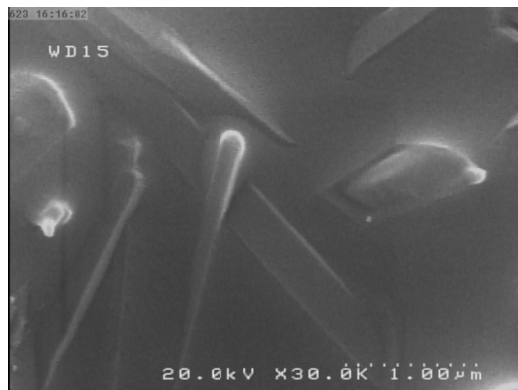
#### ۴- نتیجه گیری

در این تحقیق ساخت کامپوزیت‌های آلومینا-کاربید سیلیسیم با اتصال مولایتی از طریق روش ریخته‌گری ژل مدنظر قرار گرفت و تاثیر استفاده از نانوذرات آلومینا بر خواص این نوع کامپوزیت‌ها مشخص و با نتایج میکروذرات آلومینا مقایسه شد.

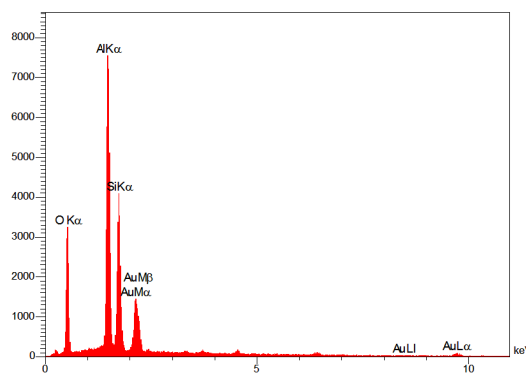
نتایج نشان داد که استفاده از نانوذرات آلومینا تاثیر زیادی روی خواص فیزیکی، استحکام مکانیکی، میزان فاز مولایت و ریزساختار این کامپوزیت‌ها دارد. بدلیل سطح ویژه بالای نانوذرات آلومینا استفاده از آن باعث تشکیل مقدار بیشتر فاز مولایت در دمای پایین‌تر نسبت به میکروذرات آلومینا می‌شود. همچنین استفاده از نانوذرات آلومینا باعث می‌شود تا تخلخل‌های ریزساختار کاهش بیشتری داشته باشند که در نتیجه از اکسیداسیون بیشتر ذرات کاربید سیلیسیم جلوگیری می‌شود و به افزایش استحکام نیز کمک می‌کند.

#### مراجع

- [1] S. Akpınar, I.M. Kusoglu, O. Ertugrul, K. Onel, *Ceramics International*, **38**, 2012, 6163.
- [2] F.C. Zhang, H.H. Luo, T.S. Wang, M. Zhang, Y.N. Sun, *Journal of Science and Technology*, **68**, 2008, 3245.
- [3] K.T. Wang, L.Y. Cao, J.F. Huang, J. Fei, *Journal of the European Ceramic Society*, **33**, 2013, 191.
- [4] O. Montes, R. Moreno, C. Baudin, *Journal of the European Ceramic Society*, **30**, 2010, 857.
- [5] K.G. Warriar, G.M. kumar, *Materials Chemistry and Physics*, **67**, 2001, 263.
- [6] R. Riedel, L. Toma, C. Fasel, G. Miehe, *Journal of the European Ceramic Society*, **29**, 2009, 3079.
- [7] A.K. Samanta, K.K. Dhargupta, S. Ghatak, *Ceramics International*, **27**, 2001, 195.
- [8] N. Montoya, F.J. Serrano, M.M. Reventos, J.M. Amigo, J. Alarcon, *Journal of the European Ceramic Society*, **30**, 2010, 839.
- [9] P.M. Souto, R.R. Menezes, R.H. Kiminami, *Journal of Materials Processing Technology*, **209**, 2009, 548.
- [10] H. Majidian, T. Ebadzadeh, E. Salahi, *Materials Science and Engineering*, **A530**, 2011, 585.
- [11] Y.Z. Ding, J. Gao, J. Yang, *Journal of the European Ceramic Society*, **29**, 2009, 1101.
- [12] M.F. Zawrah, M.H. Aly, *Ceramics International*, **32**, 2006, 21.
- [13] I.M. Low, R.M. Pherson, *J. Matter. Sci.*, **24**, 1989, 926.
- [14] S. Gustafsson, L.K. Falk, E. Liden, E. Carlstrom, *Ceramics International*, **35**, 2009, 1293.
- [15] T. Akatsu, S. Nakanishi, Y. Tanabe, F. Wakai, E. Yasuda, *Journal of the European Ceramic Society*, **33**, 2013, 3157.
- [16] J.E. Moffatt, M.E. Fitzpatrick, L. Edwards, *International Journal of Fatigue*, **47**, 2013, 319.
- [17] S. Kumar Mishra, S. Biswas, A. Satapathy, *Materials and Design*, **55**, 2014, 958.



شکل ۱۰: تصویر میکروسکوپ الکترونی مربوط به ریزساختار کامپوزیت مولایت-سیلیکون کارباید حاوی نانوالومینا.



شکل ۱۱: آنالیز EDX ذرات سوزنی شکل مشخص شده در شکل ۹.

نتایج آنالیز نقطه‌ای EDX مربوط به ذرات سوزنی شکل (شکل ۱۰) در شکل ۱۱ ارائه شده است. با توجه به وجود عناصر آلومینیوم، سیلیسیم و اکسیژن و مشابهت نسبت وزنی آنها با نسبت استوکیومتری عناصر موجود در فرمول مولایت ( $Al_6Si_2O_{13}$ ) می‌توان این ذرات سوزنی شکل را مشخص کننده فاز مولایت دانست [۲۱-۲۳]. طبق پژوهش‌های محققین [۱۳، ۲۱، ۲۲] مولایت سوزنی شکل از نفوذ ذرات ریز  $\alpha$ -آلومینا در فاز شیشه ویسکوز (کریستوبالیت) و در دمای بالای  $1400^\circ C$  شروع به تشکیل می‌کند، در حالیکه در این تحقیق فاز مولایت در  $1300^\circ C$  تشکیل شده است. بنابراین می‌توان بیان نمود که استفاده از نانوذرات آلومینا در مقایسه با ترکیب حاوی میکروذرات آلومینا علاوه بر تشکیل مقدار بیشتر فاز مولایت (شکل ۴) باعث کاهش دمای تشکیل این فاز نیز شده است.

- [21] S. Akpınar, I.A. Altun, K. Onel, *Journal of the European Ceramic Society*, **30**, 2010, 2727.
- [22] H.S. Tripathi, A. Ghosh, M.K. Halder, B. Mukherjee, H. S. Maiti, *Bulletin of Materials Science*, **35**, 2012, 639.
- [23] M. Sardy, A. Arib, K.E. Abbassi, R. Moussa, M. Gomina, *New Journal of Glass and Ceramics*, **2**, 2012, 121.
- [18] M. Posarac-Markovic, D. Veljovic, A. Devecerski, B. Matovic, *Materials and Design*, **52**, 2013, 295.
- [19] A. Noviyanto, D.H. Yoon, *Current Applied Physics*, **13**, 2013, 287.
- [20] A.J. Harris, B. Vaughan, J.A. Yeomans, P.A. Smith, *Journal of the European Ceramic Society*, **33**, 2013, 2925.