

## سینترینگ نانو کامپوزیت آلومینا- زیر کونیا تثبیت شده با ایتریا تهیه شده به روش سل-ژل با استفاده از سینتر جرقه پلاسما

ابراهیم جباری<sup>۱</sup>، علی اکبر فراشانی<sup>۱</sup> و ایمان مباشرپور<sup>۲\*</sup>

۱- گروه مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد کرج، کرج، ایران

۲- پژوهشکده سرامیک، پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۵/۰۱/۱۸، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۵/۰۲/۲۹، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۵/۰۳/۲۳

### چکیده

در پژوهش حاضر در ابتدا امکان تهیه نانو کامپوزیت آلومینا-زیر کونیا تثبیت شده با ایتریا توسط سل-ژل مورد بررسی قرار گرفت. پس از تهیه این نانو کامپوزیت، با استفاده از سینتر جرقه پلاسما، فرآیند سینترینگ انجام شد. در ادامه نانو کامپوزیت آلومینا ۳۰ درصد وزنی زیر کونیا تثبیت شده با ایتریا در محدوده دمایی ۱۳۰۰ تا ۱۴۰۰ °C با بازه ۵۰ درجه‌ای توسط سینتر جرقه پلاسما سینتر شد. تغییرات فازی با دستگاه پراش اشعه X، ریزساختار با میکروسکوپ الکترونی عبوری و روبشی، خواص مکانیکی سختی و چقرمگی شکست اندازه گیری شد. نتایج نشان داد که همه کامپوزیت‌های تهیه شده در دمای ۱۳۵۰ °C حداقل به ۹۵٪ دانسیته تئوری رسیده و کامپوزیت‌های تهیه شده در دمای ۱۴۰۰ °C دانسیته نزدیک به دانسیته تئوری دارد. نانو کامپوزیت آلومینا ۳۰ درصد وزنی زیر کونیا تثبیت شده با ایتریا تولید شده به روش سل-ژل سینتر شده در دمای ۱۴۰۰ °C توسط سینتر جرقه پلاسما در بین نمونه‌ها دارای سختی ۱۹۷۵ ویکرز و چقرمگی شکست ۶/۲ مگاپاسکال مجذور متر می‌باشد که بالاترین خواص مکانیکی به دست آمده در این پژوهش می‌باشد و نسبت به نمونه تولید شده با روش‌های سینترینگ معمولی خواص مکانیکی بهتری دارد.

**واژه‌های کلیدی:** نانو کامپوزیت، سینتر جرقه پلاسما، آلومینا، زیر کونیا تثبیت شده با ایتریا، سل-ژل.

### ۱- مقدمه

تحقیقات دهه اخیر در زمینه نانو کامپوزیت‌ها نشان می‌دهد که افزودن یک فاز ثانویه با ابعاد نانومتری به یک زمینه سرامیکی به دلیل ایجاد یک ریزساختار بهتر، سبب بهبود خواص مکانیکی زمینه می‌شود. به همین دلیل بحث بررسی نانو کامپوزیت‌ها برای افزایش این خواص در سال‌های اخیر مطرح شده است [۱]. برای رسیدن به خواص مکانیکی مطلوب نیازمند نزدیک شدن دانسیته نظری و ریزساختار

به دلیل ماهیت پیوند در مواد سرامیکی که بیشتر از نوع کووالانت و یونی هستند این مواد دارای استحکام به ضربه پایین، چقرمگی پایین و عدم قابلیت تغییر شکل پلاستیک می‌باشند که این از نقاط ضعف سرامیک‌ها محسوب شده و کاربرد این مواد را محدود می‌کند.

\* عهده‌دار مکاتبات: ایمان مباشرپور

نشانی: کرج، پژوهشگاه مواد و انرژی، پژوهشکده سرامیک

تلفن: ۰۲۶-۳۶۲۸۰۰۴۰، دورنگار: ۰۲۶-۳۶۲۰۱۸۸۸، پست الکترونیکی: iman.mobasherpour@gmail.com

نشان دهنده آن است که یک ساختار ریزدانه با دانسیته بالا از کامپوزیت آلومینا- زیرکونیا می تواند دارای بهترین خواص مکانیکی باشد [۱۵-۱۳]. متاسفانه دستیابی به یک ریزساختار همگن و ریزدانه با دانسیته بالا با استفاده از تکنیک های معمول سینترینگ مشکل است. استفاده از روش سینترینگ پلاسما به عنوان یک روش با سرعت بالای حرارت دهی می تواند در دستیابی به یک ریزساختار ریزدانه و همگن مورد استفاده قرار گیرد [۱۶].

با توجه به آن که طبق گزارش های پژوهشگران [۱۷] میزان ۱۰ تا ۲۰ درصد حجمی از فاز زیرکونیا تراگونال به افزایش استحکام و چقرمگی کامپوزیت زمینه آلومینایی کمک می کند در این پژوهش نانو کامپوزیت آلومینا- حاوی ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ۸ درصد مولی ایتریا با استفاده از روش سل-ژل سنتز و سپس با استفاده از سینتر جرقه پلاسما سینتر و مورد عملیات حرارتی قرار گرفت و پس از آن ریزساختار و خواص مکانیکی به دست آمده مورد بررسی قرار گرفت.

## ۲- فعالیت های تجربی

در این پژوهش سنتز و تولید کامپوزیت  $YSZ/Al_2O_3$  با بهره گیری از روش سل-ژل کلوئیدی و با استفاده از کلرید آلومینیم شش آب (Merck No.1084) با فرمول  $AlCl_3 \cdot 6H_2O$  و اکسی دی کلرید زیرکونیم هشت آب (Merck No.8917) با فرمول  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  و  $YCl_3 \cdot 6H_2O$  به عنوان منبع پایدار کننده ایتریا صورت گرفته است. سپس جهت شکل دهی و سینتر کامپوزیت از دو تکنیک کوره معمولی و سینترینگ به کمک جرقه پلاسما استفاده شد. مقدار مواد اولیه به نحوی انتخاب شده است که نسبت وزنی آلومینا و زیرکونیا پایدار شده با ۸ درصد مولی ایتریا در کامپوزیت نهایی بر اساس برنامه آزمایش ها برابر با ۷۰ به ۳۰ درصد وزنی باشد. جهت سنتز این نانو کامپوزیت ابتدا کلرید آلومینیم به ژلی حاوی هیدروکسید آلومینیم، تبدیل گردید و سپس سل حاوی نمک های اولیه زیرکونیا و

همگن می باشیم که بدین منظور با روش های نوین در زینترینگ مانند پلاسما زینترینگ و همچنین افزودنی های مناسب می توان به این دانسیته و خواص مکانیکی مناسب دست یافت.

یکی از رایج ترین کامپوزیت های که تحقیقات زیادی روی آن صورت گرفته است، کامپوزیت سرامیکی  $Al_2O_3-ZrO_2$  می باشد که در آن زیرکونیای خالص یا تثبیت جزئی شده با پودر  $Al_2O_3$  مخلوط شده و سپس سینتر یا تحت پرس گرم قرار می گیرد [۲]. عمده ترین کاربرد این کامپوزیت در ابزارهای برش و کاشتنی های پزشکی است. اندازه بهینه ذرات برای رسیدن به چقرمگی و استحکام مناسب در مقیاس میکرون برای زیرکونیای خالص در حدود  $1-2 \mu m$  و برای زیرکونیا تثبیت جزئی شده در حدود  $2-5 \mu m$  است. پیش بینی می شود که با افزودن ذرات ثانویه در مقیاس نانو خواص مکانیکی بهبود چشم گیری یابد. ذرات زیرکونیا به مواد دیگر نظیر اسپینل، مولایت و کاربید سیلیسیم نیز اضافه شده و باعث بهبود چقرمگی و استحکام در آنها شده است [۳،۴]. در حال حاضر با توجه به مقالات [۵-۷] دانسیته قطعات تولید شده با روش های مختلف از جمله کوره معمولی، مایکروویو و پرس گرم تا حدود ۹۷٪ می باشد که می توان با افزودن نانومواد تولید شده به روش سل-ژل به این مجموعه و استفاده از روش سینتر جرقه پلاسما به دانسیته و خواص مکانیکی مطلوب تری دست پیدا کرد.

مطالعات اخیر نشان می دهد خواص مکانیکی کامپوزیت های آلومینا- زیرکونیا با کاهش اندازه دانه و افزایش همگنی در توزیع فاز دوم به طور قابل توجهی افزایش می یابد. کامپوزیت آلومینا- زیرکونیا دارای چقرمگی مناسب و قابل قبولی است در صورتی که فاز تراگونال زیرکونیا تا دمای اتاق پایدار بوده تا با تغییر فاز به فاز مونوکلینیک انرژی لازم برای شکست را افزایش دهد [۸،۹]. برای حصول به این خاصیت اندازه دانه های زیرکونیا باید کمتر از مقدار بحرانی ۷۰۰ نانومتر باشد تا از پایداری فاز تراگونال در دمای اتاق اطمینان حاصل شود [۱۰-۱۲]. نتایج پژوهشگران

می‌باشد که در اینجا از سرعت متوسط  $50^{\circ}\text{C}/\text{min}$  استفاده شد. بعد از این که نمونه به دمای موردنظر رسید (مثلاً دمای  $1400^{\circ}\text{C}$ )، از این لحظه به بعد زمان ماندگاری محاسبه شد. بعد از پایان زمان ماندگاری، در حین سرمایش نمونه ابتدا فشار مکانیکی از روی نمونه برداشته شد، سپس از شدت جریان الکتریکی کاسته شد. به منظور جلوگیری از ترک حرارتی و در نهایت شکست قطعه، سرمایش نمونه به صورت کنترل شده انجام شد. پس از این که دمای قالب و نمونه داخل آن به دمای محیط رسید، نمونه از قالب خارج شد. به منظور انجام هرگونه آنالیز و یا آزمون بعدی لازم بود که ابتدا پوشش گرافیتی که بر سطوح نمونه چسبیده، پولیش شود. در مرحله بعد دانسیته ارشمیدس و سپس سایر آزمون‌ها انجام شد. این فرآیند برای سایر نمونه‌ها نیز انجام شد. برای بررسی اثر روش سینتر روی ریزساختار و خواص مکانیکی، پودر کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا تثبیت شده تهیه شده از روش سل-ژل با ثابت گرفتن سایر پارامترهای دستگاه SPS به جز دما با پودر مخلوط شده آلومینا-زیرکونیا تثبیت شده سینتر شده در کوره در دمای  $1600^{\circ}\text{C}$  مقایسه شد. جهت سهولت در شناخت نمونه‌ها و به یاد داشتن شرایط سینتر آنها، نمونه‌ها کدگذاری شدند. جدول ۱ کد نمونه‌ها را بر حسب شرایط سینتر انتخاب شده برای نمونه‌های مختلف را نشان می‌دهد.

جهت بررسی فازهای تشکیل شده پس از سینتر قطعات و همچنین آنالیز کامپوزیت سنتز شده، از آزمایش پراش پرتو ایکس استفاده شد. دستگاه XRD مورد استفاده در این روش مدل PW3710 ساخت شرکت Philips هلند است. جهت تعیین نوع فازها و بررسی پیک‌های شناسایی شده، از نرم‌افزار X'Pert High Score Plus استفاده شد.

برای بررسی شکل ذرات و چگونگی پراکندگی ذرات، از آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) استفاده شد. به علت اینکه نمونه‌های سینتر شده هادی الکتریسیته نیستند، نیاز به استفاده از پوشش طلا روی نمونه‌ها است. در تحقیق حاضر از میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل XL30 با ولتاژ

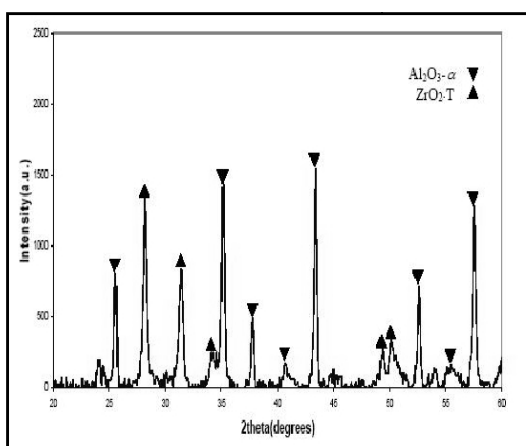
ایترا به ژل پایه آلومینایی اضافه گردید. پس از افزودن سل پایه زیرکونیا به ژل پایه آلومینا مخلوط در درون خشک کن در دمای  $80^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۱۲ ساعت حرارت داده شد. برای انجام عملیات حرارتی بر پودر خشک شده، از یک کوره آزمایشگاهی با حداکثر دمای کاری  $1600^{\circ}\text{C}$  استفاده شد. اتمسفر کوره، هوا و سرعت گرمایش برابر  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  بود. مدت زمان نگهداری در دمای بیشینه مورد استفاده ( $1450^{\circ}\text{C}$ ) در حدود ۵ دقیقه است.

برای مقایسه سینتر توسط کوره و سینتر توسط سینتر جرقه پلاسما مقدار فاز تقویت کننده، زیرکونیا پایدار شده شرکت TOSOHO به پودر آلومینا شرکت Martinswerk, MR70 با نسبت ۳۰ درصد وزنی اضافه شد. به منظور مخلوط کردن مواد اولیه، آلومینا و YSZ توسط آسیاب با کاپ و گلوله زیرکونیایی با نسبت گلوله به پودر ۵ به ۱ با سرعت  $150\text{ rpm}$  به مدت ۲ ساعت مخلوط شد. سپس فرآیند سینترینگ در کوره با اتمسفر هوا در دمای  $1600^{\circ}\text{C}$  با سرعت گرمایش برابر  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  و زمان ماندگاری ۲ ساعت انجام شد.

پودر کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا تثبیت شده جزئی پیش پرس شده با استفاده از دستگاه SPS سینتر شد. به این منظور پودر پیش پرس شده در داخل قالب گرافیتی، قرار داده شد. در ادامه فرآیند، قالب گرافیتی همراه با نمونه وارد محفظه فولادی شد و سپس، جهت اندازه گیری دما، پیرومتر داخل سوراخ تعبیه شده روی قالب تنظیم شد. سپس سنبه بالایی دستگاه روی قالب قرار گرفت. بعد از بسته شدن درب محفظه خلأ، پمپ خلأ روشن شده و شروع به تخلیه هوای داخل محفظه می‌کند. در حین این مرحله فشار مورد نظر روی نمونه تنظیم شد. برای اعمال این فشار بدین صورت عمل شد که در ابتدا قبل از اعمال جریان و یا به عبارتی گرمایش نمونه، فشار ۱۰ مگاپاسکال بر نمونه وارد شد و در مرحله بعدی، پس از آن که دمای نمونه به دمای  $1000^{\circ}\text{C}$  رسید، باقی مانده فشار نیز روی نمونه اعمال شد. سرعت گرمایش در این روش بسیار بالاتر از روش‌های مرسوم

جدول ۱: شرایط سنتز برای کامپوزیت آلومینا-۳۰ درصد وزنی زیر کونیا پایدار شده.

نوع سنتز	زمان نگهداری (min)	فشار (MPa)	دما (°C)	کد نمونه
کوره	۱۲۰	۳۰	۱۶۰۰	A-30%YZ-1600
SPS	۴	۳۰	۱۳۰۰	A-30%YZ-1300S
SPS	۴	۳۰	۱۳۵۰	A-30%YZ-1350S
SPS	۴	۳۰	۱۴۰۰	A-30%YZ-1400S



شکل ۱: الگوی XRD کامپوزیت  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YSZ}$  سنتز شده بعد از عملیات کلسیناسیون در  $1450^\circ\text{C}$ .

با توجه به این الگو پودر اولیه خشک شده پس از انجام عملیات کلسیناسیون در دمای  $1450^\circ\text{C}$  تبدیل به فازهای آلومینا و زیر کونیا گردیده است. فازهای  $\alpha$  آلومینا و زیر کونیا تراگونال به راحتی در کنار هم قابل شناسایی هستند. تشکیل فاز تراگونال به دلیل حضور پایدار کننده ایتریا در هنگام سنتز می باشد. به جهت بررسی ساختار کامپوزیت به دست آمده در مقیاسی کوچک و مشاهده دانه های تشکیل شده از میکروسکوپ الکترونی عبوری استفاده گردید. شکل ۲ نتایج بررسی کامپوزیت تشکیل شده توسط میکروسکوپ الکترونی عبوری را نشان می دهد. با توجه به این تصویر ریزساختار خوشه مانند برای کامپوزیت مشاهده می شود. ذره های  $100$  نانومتری از زیر کونیا تثبیت شده در زمینه ای از آلومینا در این خوشه ها مشاهده می شود. با توجه به نتایج به دست آمده می توان گفت کامپوزیت به دست آمده دارای ساختاری نانومتری است.

کاری  $30\text{ kV}$  ساخت شرکت فیلیپس از کشور هلند و MIRA3 TESCAN با ولتاژ کاری  $15\text{ kV}$  استفاده شد. همچنین برای بررسی مورفولوژی ذرات پودر کامپوزیت پس از سنتز از دستگاه میکروسکوپ الکترونی عبوری Philips (TEM) استفاده شد. جهت اندازه گیری سختی نمونه ها، از روش میکرو ویکرز استفاده شد. در این روش با استفاده از رابطه ۱ مقدار سختی نمونه ها محاسبه شد [۱۸، ۱۹]:

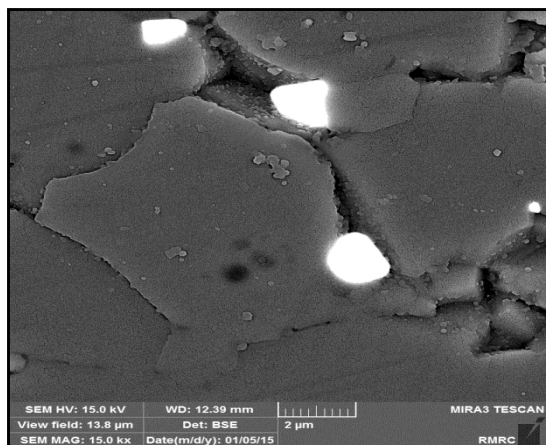
$$H_V = 1.854 \frac{F}{d^2} \quad (1)$$

که در این رابطه  $H_V$  سختی ویکرز،  $F$  مقدار بار بر حسب کیلوگرم و  $d$  میانگین قطرهای مربع بر حسب میلی متر است. این دستگاه ساخت Hitachi مدل MVK-H می باشد. برای اندازه گیری سختی و چقرمگی از نیروی  $1$  کیلوگرم استفاده شد. برای بالا بردن دقت آزمون انجام گرفته، برای هر نمونه  $3$  بار تکرار و میانگین اعداد به دست آمده به همراه انحراف معیارشان گزارش شد. چقرمگی شکست نمونه ها توسط رابطه ۲ و با استفاده از ترک های ایجاد شده توسط فرو رونده ویکرز تحت بار مشخص محاسبه شد [۱۹].

$$K_{IC} = 0.203 H a^{1/2} \left(\frac{c}{a}\right)^{-3/2} \quad (2)$$

### ۳- نتایج و بحث

شکل ۱، XRD نمونه کلسینه شده از مخلوط سل پایه زیر کونیا در ژل پایه آلومینا سنتز شده در  $1450^\circ\text{C}$  را نشان می دهد.

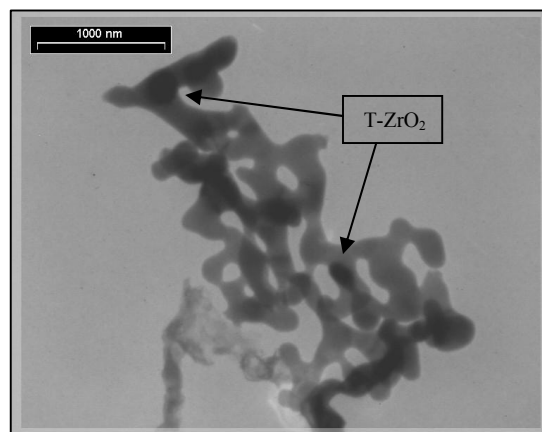


شکل ۳: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه کامپوزیت آلومینا-۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا زیترا شده در دمای  $1600^{\circ}\text{C}$  توسط کوره.

برای آلومینا در حدود ۷ میکرومتر و برای زیرکونیا حدود ۲ میکرومتر مشاهده می‌شود. با توجه به روش اندازه‌گیری چقرمگی و سختی به ترتیب اعداد  $5/8$  مگاپاسکال در مجذور متر و  $1920$  ویکرز به ترتیب برای چقرمگی و سختی برای نمونه کامپوزیت آلومینا-۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا زیترا شده در دمای  $1600^{\circ}\text{C}$  توسط کوره به دست آمد.

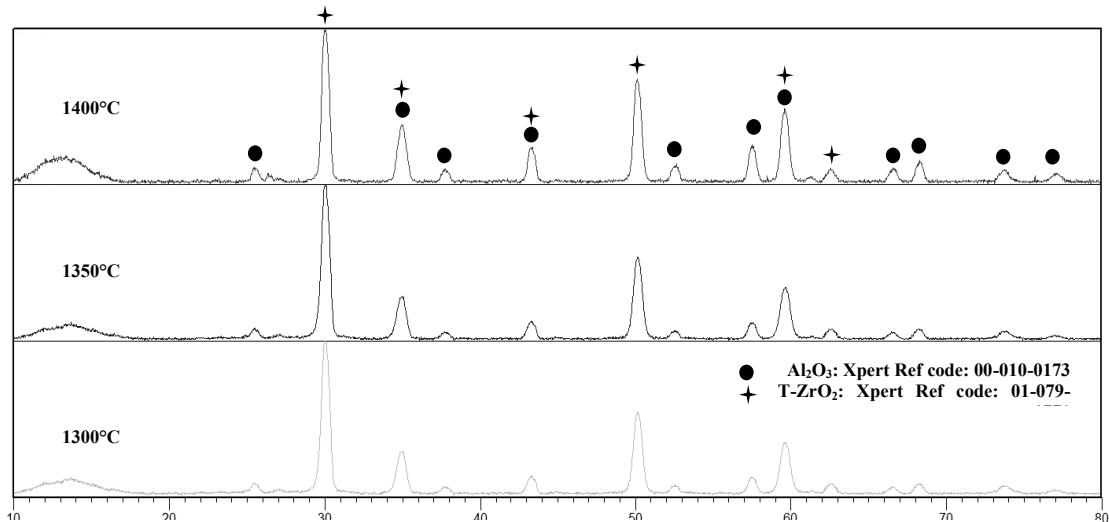
الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌های نانو کامپوزیت زمینه آلومینایی حاوی مقدار ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا که توسط روش سل-ژل به دست آمده و سپس در دماهای  $1300$ ،  $1350$ ، و  $1400^{\circ}\text{C}$  توسط سینتر جرقه پلاسما سینتر شده در شکل ۴ ارائه شده است.

با توجه به این الگوها در تمام دماهای سینتر جرقه پلاسما تنها پیک فازهای آلومینا و زیرکونیا تترگونال شناسایی شدند. تغییرات دانسیته نسبی نانو کامپوزیت زمینه آلومینا حاوی مقدار ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا سینتر شده در دماهای  $1300$ ،  $1350$ ، و  $1400^{\circ}\text{C}$  توسط سینتر جرقه پلاسما است. با توجه به نتایج دانسیته مشاهده می‌شود که نمونه کامپوزیت حاوی مقدار ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا در دمای  $1350^{\circ}\text{C}$  به  $95\%$  دانسیته تئوری دست پیدا نموده و نمونه کامپوزیت‌های سینتر شده در دمای

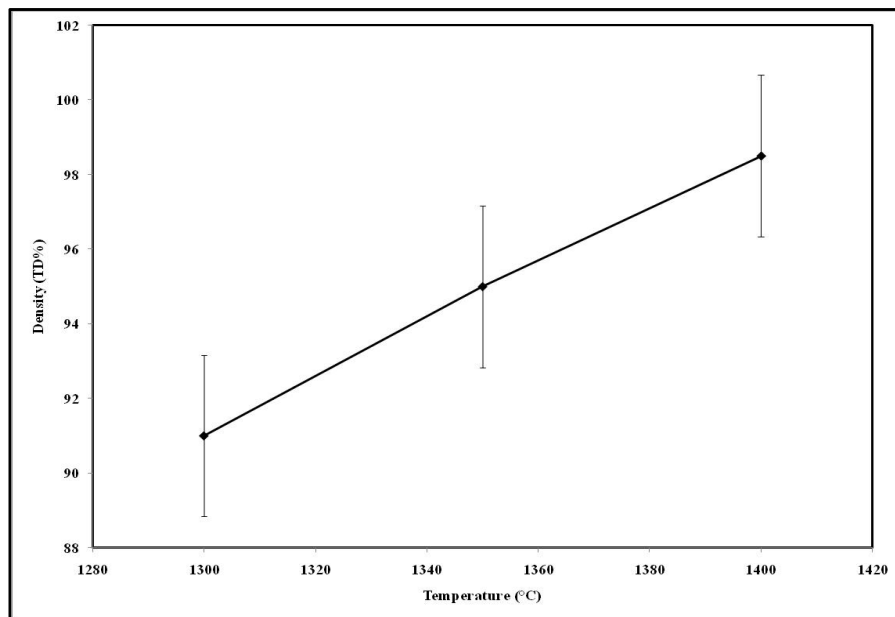


شکل ۲: تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از پودر کامپوزیت تهیه شده  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YSZ}$  بعد از کلسیناسیون در  $1450^{\circ}\text{C}$ .

در ادامه سینترینگ نانو کامپوزیت آلومینا-۳۰ درصد وزنی زیرکونیا تثبیت شده با ایتریا ارزیابی می‌شود. در روش استفاده از کوره جهت سینتر شرایط پخت بدین صورت بود که نمونه پودر کامپوزیت پس از مخلوط‌سازی در داخل بوته آلومینایی قرار گرفت. برای تمامی نمونه‌ها دمای پخت  $1600^{\circ}\text{C}$  و مدت زمان قرارگیری در بیشینه دما ۲ ساعت و سرعت افزایش درجه حرارت  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  بود. شکل ۳ نشان دهنده تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه کامپوزیت آلومینا-۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا زیترا شده در دمای  $1600^{\circ}\text{C}$  توسط کوره می‌باشد. ریزساختار کامپوزیت آلومینا-۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا سینتر شده در  $1600^{\circ}\text{C}$  نشان دهنده نواحی سینتر شده گسسته می‌باشد که با تخلخل‌های بسته بهم متصل شده‌اند. همانطور که مشاهده می‌شود تخلخل‌ها ناچیز است. با توجه به نتایج می‌توان گفت در اثر بوجود آمدن حرارت و بالا رفتن دما، این نواحی فشرده و چگال بوجود می‌آید. دانسیته به دست آمده توسط روش ارشمیدس در حدود  $95/5\%$  دانسیته تئوری بوده است. با توجه به تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی رشد افراطی دانه‌های آلومینا به عنوان زمینه و زیرکونیا پایدار شده با ایتریا به عنوان فاز تقویت کننده مشاهده می‌شود. همچنین با توجه به تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی متوسط اندازه ذرات



شکل ۴: الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌های نانوکامپوزیت زمینه آلومینا حاوی مقدار ۳۰ درصد وزنی زیر کونیا پایدار شده با ایتریا سینتر شده در دماهای ۱۳۰۰، ۱۳۵۰ و ۱۴۰۰ °C توسط سینتر جرقه پلاسما.



شکل ۵: تغییرات دانسیته نسبی نانوکامپوزیت زمینه آلومینا حاوی مقدار ۳۰ درصد وزنی زیر کونیا پایدار شده با ایتریا سینتر شده در دماهای ۱۳۰۰، ۱۳۵۰ و ۱۴۰۰ °C توسط سینتر جرقه پلاسما.

نمود که اولاً در طول فرآیند سینترینگ جرقه پلاسما سرعت حرارت‌دهی بالا باعث شده که دما از محدوده دماهای پایین که مکانیزم‌های غیرتراکم‌سازی نظیر نفوذ سطحی حاکم هستند به سرعت عبور کرده و وارد محدوده دمای بالا که مکانیزم‌های اصلی تراکم فعال هستند، شود. این امر مانع از رشد دانه‌ها قبل از شروع فرآیند سینترینگ می‌شود. ثانیاً،

۱۴۰۰ °C دانسیته‌ای نزدیک به دانسیته تئوری و برابر با ۹۸/۵٪ دارد. پایین‌تر بودن دمای سینترینگ نمونه کامپوزیت‌ها نسبت به روش‌های سینترینگ معمولی (استفاده از کوره در دمای ۱۶۰۰ °C) را می‌توان بدین صورت توجیه نمود که اولاً در طول فرآیند سینترینگ جرقه پلاسما سرعت حرارت‌دهی بالا باعث شده که دما از محدوده دماهای پایین

به صورت آنیزوتروپ هستند. با رشد دانه، تخلخل‌ها کاهش یافته‌اند و دانسیته نسبت به نمونه A-30%YZ-1350S اندکی افزایش یافته است و ریزساختار ناهمگن تر شده است. همانطور که ملاحظه می‌شود با افزایش دما از ۱۳۰۰ تا ۱۴۰۰ °C اندازه دانه‌ها درشت‌تر شده و میزان تخلخل‌ها کم شده است. ملاحظه می‌شود با افزایش دما از ۱۳۰۰ تا ۱۴۰۰ °C رشد دانه شدیدی رخ داده است و میانگین اندازه دانه‌ها تقریباً دو برابر شده است.

جدول ۲ نشان دهنده دانسیته نسبی و تغییرات خواص مکانیکی نمونه‌های مختلف کامپوزیت آلومینا حاوی مقدار ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا که بعد از سینترینگ در دماهای ۱۳۰۰، ۱۳۵۰، و ۱۴۰۰ °C توسط سینترینگ جرقه پلاسما بررسی شده‌اند. همچنین به عنوان مقایسه نتایج بررسی خواص مکانیکی نمونه سینتر شده در کوره نیز گزارش شده است.

با توجه به جدول ۲ عدد سختی و یکرز نمونه نانو کامپوزیت آلومینا حاوی مقدار ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا سینتر شده در دمای ۱۴۰۰ °C بالاترین عدد سختی تمام نمونه کامپوزیت‌ها و برابر ۱۹۷۵ می‌باشد. با توجه به نتایج جدول ۲ مشاهده می‌شود با کاهش دانسیته نمونه کامپوزیت آلومینا حاوی مقدار ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا سختی و یکرز نمونه‌ها کاهش یافته است. در مقایسه با سختی نمونه کامپوزیت آلومینا حاوی مقدار ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا سختی و یکرز نمونه‌ها کاهش یافته است. معمول سینترینگ که در حدود ۱۹۲۰ و یکرز است، نمونه کامپوزیت کامپوزیت آلومینا حاوی مقدار ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا سینتر شده با جرقه پلاسما در دمای ۱۴۰۰ °C از سختی بالاتری برخوردار است. افزایش مدول یانگ، بازیابی ریزساختار و تاثیر استحکام بخشی تنش پسماند مرتبط با ذرات زیرکونیا پایدار شده، مهم‌ترین عوامل بهبود سختی در کامپوزیت می‌باشند [۱۹].

در ادامه چقرمگی شکست نمونه آلومینا حاوی مقدار ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا سینتر شده توسط

تخلیه الکتریکی، فشار ناشی از شوک الکتریکی و فشار مکانیکی اعمالی در فرآیند سینترینگ جرقه پلاسما باعث بهبود جریان ویسکوز ذرات سرامیکی در طول فرآیند سینترینگ شده که این امر باعث افزایش انتقال جرم شده و بهبود فرآیند سینترینگ را نسبت به فرآیندهای سینترینگ کم فشار و یا حتی فرآیند سینترینگ پرس گرم را به دنبال دارد [۱۸].

شکل ۶ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح مقطع نمونه نانو کامپوزیت زمینه آلومینا حاوی مقدار ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا سینتر شده در دماهای ۱۳۰۰، ۱۳۵۰، و ۱۴۰۰ °C توسط سینتر جرقه پلاسما است. تاثیر گذارترین پارامتر در اغلب فرآیندهای سینتر به ویژه روش سینتر جرقه پلاسما، دما می‌باشد. از این رو تاثیر دما بر ریزساختار نمونه کامپوزیت زمینه آلومینا حاوی مقدار ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا، بررسی شد.

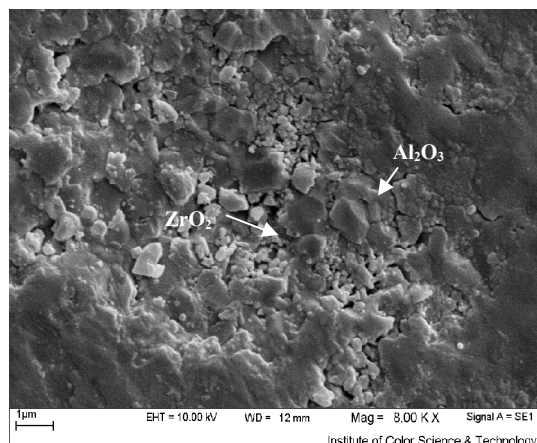
تصویر SEM برای نمونه‌های A-30%YZ-1300S، A-30%YZ-1350S و A-30%YZ-1400S در شکل ۶ آورده شده است. میانگین اندازه دانه محاسبه شده برای این نمونه‌ها به ترتیب ۰/۵۸، ۰/۷۵ و ۱ میکرون برای آلومینا به عنوان فاز زمینه (فاز تیره رنگ) و ۱۰۰، ۱۵۰ و ۲۰۰ نانومتر برای زیرکونیا تراگونال می‌باشد. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (شکل ۶-الف) ریزساختاری متخلخل را در دمای ۱۳۰۰ °C نشان می‌دهد. در دمای ۱۳۵۰ °C (شکل ۶-ب)، اندازه دانه‌ها تا حدودی همگن‌تر شده است. همچنین میزان تخلخل‌ها به‌طور چشمگیری کاهش یافته است. مورفولوژی ذرات زمینه اغلب کروی شکل بوده و اشکال مختلف دانه‌های هم‌محور نیز دیده می‌شود. با افزایش دما از ۱۳۰۰ تا ۱۳۵۰ °C، چگالی افزایش پیدا کرده است. از این رو می‌توان گفت افزایش چگالی در محدوده دمایی مذکور به دلیل جابجایی و بازآرایی ذرات بر یکدیگر بوده است. در واقع آرایش مجدد ذرات و تشکیل گردنه‌های اولیه در نقاط تماس بین ذرات اتفاق می‌افتد. ریزساختار نمونه A-30%YZ-1400S (شکل ۶-ج) رشد برخی از دانه‌ها

چقرمگی های شکست به دست آمده از روش های سینتر معمولی (۵/۸ مگاپاسکال در مجذور متر) چقرمگی شکست نمونه آلومینا حاوی مقدار ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا سینتر شده توسط سینترینگ جرقه پلاسما در دمای  $1400^{\circ}\text{C}$  بیشتر است.

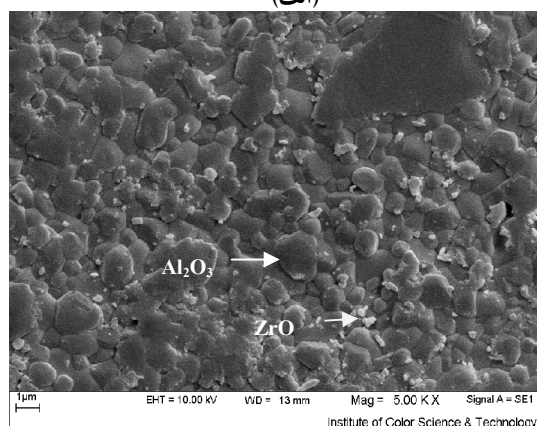
این افزایش در چقرمگی شکست را می توان به وسیله رفتار اشاعه ترک در نمونه متراکم شده حاوی ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا تثبیت شده با ایتریا سینتر شده در دمای  $1400^{\circ}\text{C}$  توسط سینتر جرقه پلاسما با توجه به تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی در شکل ۷ توصیف نمود. در نمونه حاوی ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا تثبیت شده با ایتریا مسیر اشاعه ترک به صورت زیگزاگ مشاهده می شود که این امر ناشی از برخورد ترک با ذرات زیرکونیا تثبیت شده با ایتریا موجود در نمونه کامپوزیت است که در اثر این برخورد مسیر ترک منحرف شده و یک مسیر زیگزاگی طی می شود. در اثر افزایش طول مسیر حرکت ترک، انرژی لازم برای شکست قطعه افزایش یافته که این امر منجر به افزایش چقرمگی شکست می شود. از طرف دیگر با برخورد ترک به ذرات زیرکونیا تترائگونال انرژی رشد ترک به منظور استحاله زیرکونیا تترائگونال به مونوکلینیک مصرف شده که این امر نیز به افزایش چقرمگی کمک می کند. همچنین باید توجه داشت به دلیل ریزدانه تر بودن و دانسیته بالاتر نمونه کامپوزیت آلومینا حاوی ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا تثبیت شده با ایتریا سینتر شده در دمای  $1400^{\circ}\text{C}$  توسط سینتر جرقه پلاسما این نمونه از چقرمگی بالاتری نسبت به نمونه سینتر شده معمولی برخوردار است.

#### ۴- نتیجه گیری

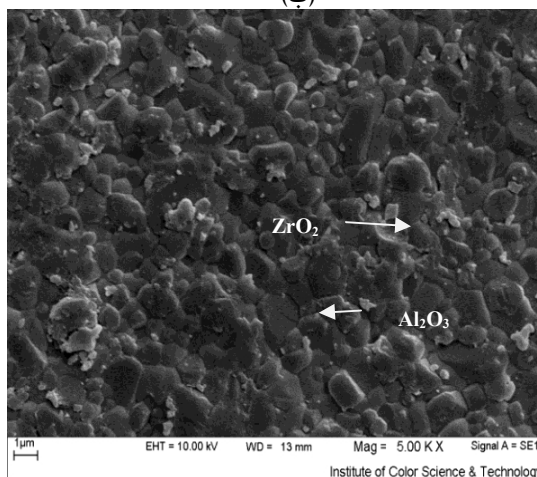
با توجه به نتایج مشاهده می شود که همه نمونه نانو کامپوزیت ها حاوی زیرکونیا پایدار شده در دمای  $1350^{\circ}\text{C}$  به ۹۵٪ دانسیته تئوری دست پیدا نموده و نمونه کامپوزیت های سینتر شده در دمای  $1400^{\circ}\text{C}$  دانسیته ای نزدیک به دانسیته تئوری دارند.



(الف)



(ب)



(ج)

شکل ۶: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح مقطع شکست نمونه نانو کامپوزیت، (الف) A-30%YZ-1300S، (ب) A-30%YZ-1350S و (ج) A-30%YZ-1400S.

سینترینگ جرقه پلاسما در دماهای ۱۳۰۰، ۱۳۵۰ و  $1400^{\circ}\text{C}$  محاسبه و به ترتیب برابر با ۴/۷، ۵/۵ و ۶/۲ مگاپاسکال در مجذور متر به دست آمد که نسبت به



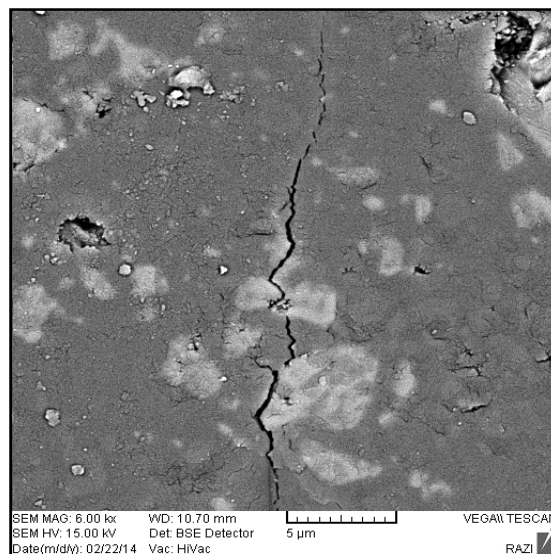
جدول ۲: تغییرات دانسیته نسبی و خواص مکانیکی نمونه‌های مختلف نانو کامپوزیت آلومینا حاوی مقدار ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا بعد از سینترینگ در دماهای ۱۳۰۰، ۱۳۵۰ و ۱۴۰۰ °C توسط سینترینگ جرقه پلاسما.

ترکیب کامپوزیت	دما (°C)	دانسیته نسبی (%)	سختی (HV)	چقرمگی شکست (MPa.m <sup>1/2</sup> )
A-30%YZ-1600	۱۶۰۰	۹۵/۵	۱۹۲۰	۵/۸
A-30%YZ-1300S	۱۳۰۰	۹۱	۱۷۳۹	۴/۷
A-30%YZ-1350S	۱۳۵۰	۹۵	۱۹۳۲	۵/۵
A-30%YZ-1400S	۱۴۰۰	۹۸/۵	۱۹۷۵	۶/۲

پایدار شده با ایتریا سینتر شده در دمای ۱۴۰۰ °C محاسبه و به میزان ۶/۲ مگاپاسکال در مجذور متر به دست آمد که نسبت به چقرمگی شکست به دست آمده از روش‌های سینتر معمولی بیشتر است.

## مراجع

- [1] Y. Champion, H. Fecht, "Nano-Architected and Nanostructured Materials Fabrication, Control and Properties", Wiley-VCH, 2004.
- [2] S. Biamino, P. Fino, M. Pavese, C. Badini, *Ceramics International*, **32**, 2006, 509.
- [3] R. Stevens, "An Introduction to Zirconia" ed.by Magnesium Electron Ltd. 1986.
- [4] T. Nishoika, "New Developments in Advanced Ceramics for the 90,S" ed. By Torya Research Centre Inc, 1992, 78-86.
- [6] F. Meng, C. Liu, F. Zhang, Z. Tian, W. Huang, *Journal of Alloys and Compounds*, **512**, 2012, 63.
- [7] Z. Zhou, Z. Wang, Y. Yi, J. Lan, S. Jiang, G.Wang, *Powder Technology*, **256**, 2014, 239.
- [8] S. Ngashangua, S. Vasanthavel, V. Ponnillavan, S. Kannan, *Ceramics International*, **41**, 2015, 3814.
- [9] C.J. Wang, C.Y. Huang, Y.C. Wu, *Ceramics International*, **35**, 2009, 1467.
- [10] W.H. Tuan, R.Z. Chen, T.C. Wang, C.H. Cheng, P.S. Kuo, *Journal of the European Ceramic Society*, **22**, 2002, 2827.
- [11] J.R. Kelly, I. Denry, *Dental Materials*, **24**, 2008, 289.
- [12] A.H. De Aza, J. Chevalier, G. Fantozzi, *Journal of the American Ceramic Society*, **86**, 2003, 115.
- [13] F.A.T. Guimaraes, K.L. Silva, V. Trombini, J.J. Pierri, J. Rodrigues, R. Tomasi, *Ceramics International*, **35**, 2009, 741.
- [14] Y.P. Ye, J.G. Li, H.D. Zhou, J.M. Chen, *Ceramics International*, **34**, 2008, 1797.
- [15] Z.A. Munir, U. Anselmi-Tamburini, M. Ohyanagi, *Journal of Materials Science*, **41**, 2006, 763.
- [16] G.W. Liu, Z.P. Xie, Y. Wu, *Materials and Design*, **32**, 2011, 3440.
- [17] Z. Shen, M. Johnsson, Z. Zhao, M. Nygren, *Journal of the American Ceramic Society*, **85**, 2002, 1921.
- [18] A. Weibel, A. Peigney, G. Chevallier, C. Estournes, C. Laurent, *Ceramics International*, **39**, 2013, 5513.
- [19] D. Ghahremani, T. Ebadzadeh, A. Maghsodipour, *Ceramics International*, **41**, 2015, 6409.
- [20] D. Ghahremani, T. Ebadzadeh, A. Maghsodipour, *Ceramics International*, **41**, 2015, 1957.



شکل ۷: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از مسیر اشاعه ترک در نمونه نانو کامپوزیت آلومینا حاوی مقدار ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا سینتر شده توسط سینترینگ جرقه پلاسما در دمای ۱۴۰۰ °C.

پایین تر بودن دمای سینترینگ جرقه پلاسما نمونه کامپوزیت‌ها نسبت به روش‌های سینترینگ معمولی را می‌توان به دلیل سرعت حرارت‌دهی بالای فرآیند سینترینگ پلاسما و فشار ناشی از شوک الکتریکی و فشار مکانیکی اعمالی در فرآیند سینترینگ جرقه پلاسما دانست. عدد سختی ویکرز نمونه نانو کامپوزیت آلومینا حاوی مقدار ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا پایدار شده با ایتریا سینتر شده در دمای ۱۴۰۰ °C بالاترین عدد سختی تمام نمونه کامپوزیت‌ها و برابر ۱۹۷۵ ویکرز می‌باشد. چقرمگی شکست نمونه نانو کامپوزیت آلومینا حاوی مقدار ۳۰ درصد وزنی زیرکونیا