



Ferdowsi University
of Mashhad


Journal of Metallurgical and Materials Engineering

<https://jmme.um.ac.ir>



Iron & Steel
Society of Iran

Fabrication and Characterization of Al₂O₃-Y₂O₃ Based Composite*

Sayed Ali Hassanzadeh-Tabrizi¹ 

DOI: [10.22067/jmme.2024.83191.1115](https://doi.org/10.22067/jmme.2024.83191.1115)

1- Introduction

Alumina (aluminum oxide, Al₂O₃) is one of the most widely used ceramics due to its high hardness and strength (at low and high temperatures) and good insulation properties. However, to improve the mechanical properties and especially the fracture toughness of this material, making composites from alumina is very important. Several studies have been conducted by researchers to improve the mechanical properties of alumina-based composites due to their inherent brittleness. For example, various particles have been added as reinforcements, such as zirconia, carbon nanotubes, silicon carbide, etc. Alumina-yttria-based ceramic composites have been used in aerospace engineering, as components for jet engines in the aircraft industry and machine tools. The two-phase microstructure resulting from the sintering of alumina and yttria powder mixtures forms alumina and yttrium aluminum garnet which is homogeneously distributed in the product. After sintering, compressive residual stress is created in the products which is due to the difference in the thermal expansion coefficient of these two phases. This behavior reduces the propagation of cracks and thus increases the fracture toughness of this ceramic composite. In recent years, the production of raw materials from wet chemical methods has received much attention due to the purity and quality of these methods. Different techniques have been employed for synthesizing nanoparticles such as co-precipitation, sol-gel, hydrothermal, combustion, solvothermal, etc. Sol-gel method is widely used for the production of homogeneous nanocomposites due to the suitable mixing of the raw materials and has been of great interest in recent years. Therefore, the aim of the present research is to make in situ composite nanoparticles based on alumina-yttria composite by sol-gel method. Then the resulting powder will be characterized and the effect of heat treatment on the phase changes and the size of its crystals will be investigated. The produced nanocomposite powder is then isostatically pressed and pressureless sintered at different temperatures. The density and hardness of these samples were investigated.

2- Materials and Methods

Raw materials for synthesis nanopowder by sol-gel method included AlCl₃·6H₂O, Al powder, Y₂O₃ and HCl. For this purpose, yttrium oxide powder was first dissolved in HCl.

Then, aluminum and aluminum chloride were added to the solution. The amount of raw materials was chosen based on 10 wt.% of yttria. The precursor solution was continuously stirred at 100 °C for 4 h to completely dissolve the raw materials and aged at 60 °C. The viscosity of the solution gradually increased and finally, the solution turned into a hard gel. The gel was dried at 80 °C for 48 h. The dried gel was calcined in an electric furnace at different temperatures and then ground using an alumina vial and pure alumina balls in an ethanol medium to break the powder agglomerates. The obtained powder was dried again at 80°C. To make the parts, the powders were pressed under a pressure of 80 MPa and then pressureless sintered at different temperatures.

The morphology of the powders and the surface of the composite parts were examined using a Philips XL30 scanning electron microscope. To check the density of the sample, Archimedes' method was used in water liquid. Vickers hardness was measured by Wolpert 430 hardness tester with a load of 1.5 kg and a dwell time of 15 seconds.

2- Results and discussion

The X-ray diffraction results of the samples are shown in Figure 1. The X-ray diffraction patterns of the heat-treated gel at 600 °C do not show a peak, which indicates that the structure is amorphous and irregular. As the temperature increases to 700 °C, peaks related to Theta alumina phase appear. The intensity of the peaks increases up to 1000 °C, which indicates the growth of crystallites. At the temperature of 1100 °C, the intensity of the peaks related to the theta alumina phase decreases, which indicates the decomposition of this phase. At a temperature of 1200 °C, alpha alumina peaks appear and peaks related to theta alumina phase are removed. In fact, at high temperatures, the intermediate phases of alumina become unstable and the alpha phase, which is the stable phase of high alumina temperature, replaces the intermediate phases. In addition, the peaks related to the hexagonal YAlO₃ are observed at 1100 °C. By increasing the temperature up to 1200 °C, Y₃Al₅O₁₂ phase was formed.

*Manuscript received: October 30, 2023, Revised: December 4, 2023, Accepted February 18, 2024.

¹ Associate Professor, Advanced Materials Research Center, Department of Materials Engineering, Najafabad Branch, Islamic Azad University, Najafabad, Iran. **Email:** hassanzadeh@pmt.iaun.ac.ir.

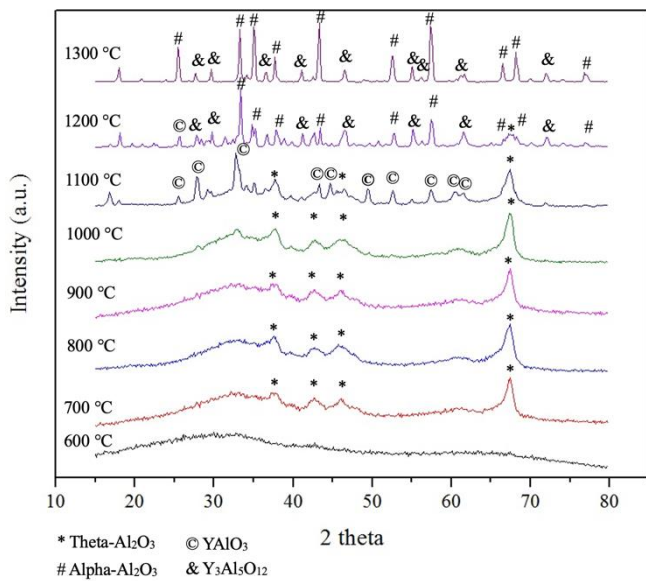


Fig. 1. X-ray diffraction patterns of calcined samples at different temperatures.

Figure 2 shows the relative density of the samples after the sintering. In general, the density of samples has an upward trend with increasing temperature. However, this density increase follows a specific pattern. The sintering plot shows a sigmoidal shape. Sintering starts at about 1200 °C, however, the slope of the line at this temperature is low, which indicates the low speed of densification. This low rate is due to low temperature. As the temperature increases to 1300 °C, the condensation rate increases dramatically. In this area, the sintering mechanisms including grain boundary diffusion and volume diffusion are well activated. After 1500 °C, the final step of sintering initiates. The rate of densification decreases which is due to the increase in the size of the grains and also the confinement of the pores inside the grain. It causes the diffusion paths of atoms to become long and hard.

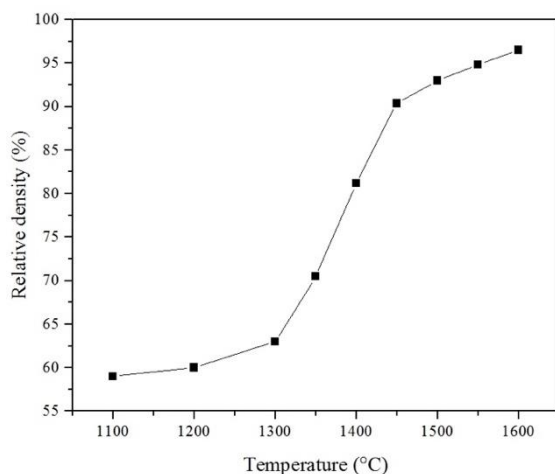


Fig. 2. Densification of the samples by changing the sintering temperature

The Vickers hardness test was performed to study the mechanical properties of the samples. The effect of annealing temperature on the hardness of the samples is shown in Figure 3. The results show that the hardness of the samples increases with the increase of the sintering temperature, and for the

sample sintered at 1600 °C for 3 hours, the hardness is about 14 GPa. The higher hardness is attributed to the higher density of this sample.

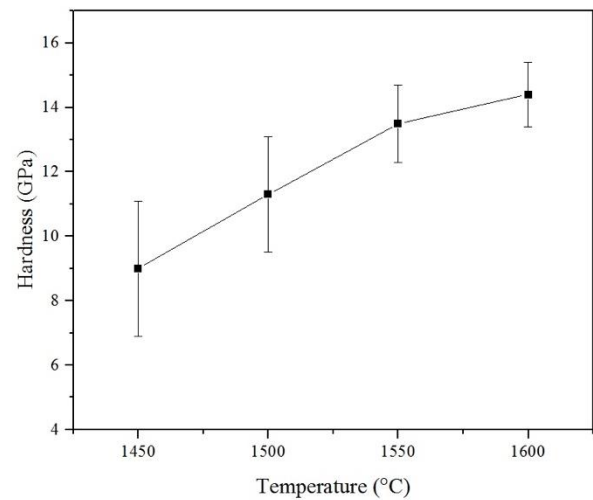


Fig. 3. The hardness of sintered samples at different temperatures

4. Conclusion

In the present study, composite powder based on alumina-yttria was synthesized via a sol-gel method. The powders were sintered at different temperatures. The results of X-ray diffraction showed that the produced powder initially has an amorphous structure, and after heat treatment, alumina phases and yttrium aluminum garnet are formed. The samples sintered at a temperature of 1600 °C reached about 96% relative density. The hardness of the samples increased with the increase in the sintering temperature.



ساخت و مشخصه‌یابی کامپوزیت بر پایه $Al_2O_3-Y_2O_3$ *

مقاله پژوهشی

سید علی حسن زاده تبریزی^(۱)

DOI: 10.22067/jmme.2024.83191.1115

چکیده در تحقیق حاضر نانوذرات بر پایه آلومینا-ایتریا با استفاده از روش سل-ژل ساخته شد. سپس اثر عملیات حرارتی بر تغییرات فازی و اندازه بلورکها در این سیستم کامپوزیتی بررسی شد. پودر کامپوزیتی تولیدی با استفاده از پراش پرتو ایکس و میکروسکوپ الکترونی روشی مشخصه‌یابی شد. برای بررسی اثر دما بر بلورکها از رابطه شرر استفاده شد. سپس پودر کامپوزیتی پرس ایزواستاتیک سرد شد و تحت فرایند تف‌جوشی بدون فشار در دماهای مختلف قرار گرفت تا تغییرات دانسیته آن مورد ارزیابی قرار بگیرد. نتایج پراش پرتو ایکس نشان داد نمونه پودری در ابتدا آمورف می‌باشد. با افزایش درجه حرارت اجزاء این سیستم کامپوزیتی وارد واکنش شده و فازهای آلفا Al_2O_3 و $Y_3Al_5O_{12}$ در آن تشکیل شد. اندازه بلورکهای فاز تتا آلومینا با افزایش دما تا ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد افزایش یافت در حالی که پس از این درجه حرارت به دلیل تجزیه این فاز اندازه بلورکهای آن کاهش می‌یابد. دانسیته نمونه‌ها با افزایش درجه حرارت تا ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد افزایش یافت به طوری که نمونه‌ها به دانسیته نسبی حدود ۹۶ درصد رسیدند. منحنی افزایش دانسیته نانوپودر کامپوزیتی سه مرحله متفاوت را در طی تف‌جوشی نشان داد. بررسی سختی نمونه‌ها نشان داد که با افزایش دمای تف‌جوشی سختی افزایش می‌یابد و در نمونه تف‌جوشی شده در ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۳ ساعت سختی ویکرز به حدود ۱۴ گیگاپاسکال رسید.

واژه‌های کلیدی آلومینا، ایتریا، کامپوزیت، سل-ژل.

Fabrication and Characterization of $Al_2O_3-Y_2O_3$ Based Composite

Sayed Ali Hassanzadeh-Tabrizi

Abstract In the present research, nanoparticles based on the alumina-yttria system were synthesized using a sol-gel method. Then, the effect of heat treatment on the phase evolution and crystallite size in this composite system was investigated. The produced composite powder was characterized using X-ray diffraction and scanning electron microscopy. Scherrer equation was used to investigate the effect of temperature on crystallite sizes. The composite powder was cold isostatically pressed and subjected to a pressureless sintering process at different temperatures to evaluate its density changes. The X-ray diffraction results showed that the powder sample was initially amorphous. By increasing the temperature, the components of this composite system reacted and Alpha- Al_2O_3 and $Y_3Al_5O_{12}$ phases are formed. The crystallite size of the Theta-alumina phase grew with increasing temperatures up to 1000 °C. At higher temperatures, crystallite size decreased due to the decomposition of theta-alumina. The density of the samples increased by increasing the temperature up to 1600 °C so that the samples reached a relative density of about 96%. The densification curve of the composite showed three different stages during sintering. Examining the hardness of the samples showed that the hardness increases with the increase of the sintering temperature, and in the sample sintered at 1600 °C for 3 hours, the Vickers hardness reached about 14 GPa.

Keywords Alumina, Yttria, Composite, Sol-gel.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۲/۴/۸ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۲/۱۱/۲۹ می‌باشد.

(۱) نویسنده مسئول، دانشیار، مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجف آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف آباد، ایران.

Email: hassanzadeh@pmt.iaun.ac.ir

مقدمه

تقاضای جهانی برای مواد ساختاری مستحکم که در دمای بالا مورد استفاده قرار گیرند به طور مثال در کاربردهای مختلف مانند بخش‌های هوافضا و انرژی افزایش یافته است [1]. سرامیک‌ها و کامپوزیت‌های آن در برآوردن این تقاضا تا حدودی موفق بوده‌اند و موادی با کیفیت بالاتر و کارآمدی را برای صنعت فراهم می‌کنند. با این حال، استفاده کاربردی و ساختاری سرامیک‌ها به ماهیت شکننده آنها محدود شده است [2].

آلومینا (اکسید آلومینیوم، Al_2O_3) یکی از سرامیک‌هایی است که به دلیل سختی و استحکام بالا (در دمای پایین و در دمای بالا) و خاصیت عایق کاری خوب، یکی از سرامیک‌های پرکاربرد است. با این حال برای بهبود خواص مکانیکی و خصوصاً چقرمگی (Toughness) شکست این ماده، ساخت کامپوزیت از آن بسیار مورد توجه است. مطالعات متعددی توسط محققان برای بهبود خواص مکانیکی کامپوزیت‌های مبتنی بر آلومینا به دلیل شکنندگی ذاتی آنها انجام شده است [3, 4]. به طور مثال ذرات مختلفی به عنوان تقویت کننده اضافه شده است که از جمله این مواد می‌توان به زیرکونیا، نانوتیوب کربنی و سیلیکون کاربید اشاره کرد. به طور مثال گزارش شده است افزودن 20 درصد وزنی سیلیکون کاربید می‌تواند چقرمگی را تا $8.7 \text{ MPa m}^{0.5}$ افزایش دهد [5]. به طور مشابه، بررسی سختی سطح آلومینا کامپوزیت شده با زیرکونیا نشان داده است که در این کامپوزیت افزایش قابل توجه سختی ایجاد می‌شود [6]. گزارش‌هایی در مورد افزودن ترکیبات بین فلزی نیز به آلومینا جهت بهبود خواص وجود دارد [7, 8].

کامپوزیت سرامیکی بر پایه آلومینا-ایتريا در مهندسی هوافضا، مانند اجزاء برای موتورهای جت در صنعت هواپیما و ابزارهای ماشینکاری استفاده شده است. ریز ساختار دوفازی حاصل از تف‌جوشی مخلوط‌های پودر آلومینا و ایتريا، باعث ایجاد ساختاری از آلومینا و ایتريوم آلومینیوم گارنت شده که به طور همگن توزیع می‌شود و پس از تف‌جوشی باعث ایجاد تنش‌های پسماند فشاری در دو فاز شده که به دلیل اختلاف در ضریب انبساط حرارتی این دو فاز است. این رفتار سبب کاهش انتشار ترک بین دانه‌ای شده و در نتیجه چقرمگی شکست این کامپوزیت سرامیکی را افزایش می‌دهد [9-11].

از مزایای استفاده از سرامیک‌های اکسیدی نسبت به

سرامیک‌های غیر اکسیدی، مقاومت بالایی آن‌ها در برابر اکسیداسیون و خوردگی در محیط‌های تهاجمی و دماهای بالا می‌باشد. در دهه اخیر، برخی از مطالعات نشان دادند که سرامیک‌های حاوی ایتريوم آلومینیوم گارنت مقاومت خزشی بالاتری نسبت به دیگر سرامیک‌ها دارند. یکپارچگی مکانیکی این سرامیک در دمای حدود ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد در چندین مطالعه تایید شده است [12, 13].

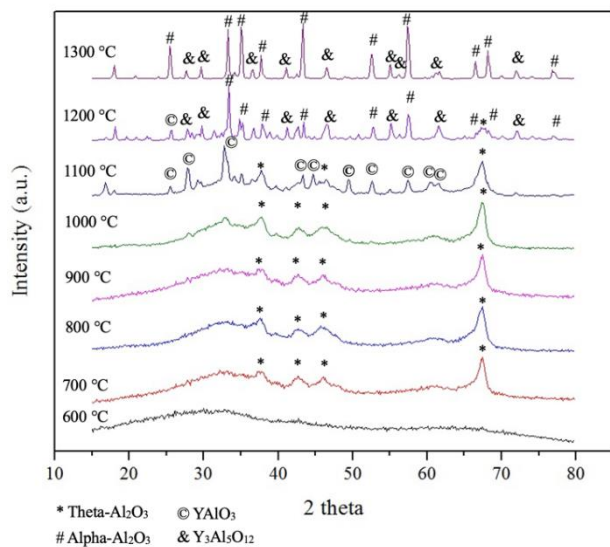
با این حال کیفیت قطعه نهایی سرامیکی بسیار وابسته به کیفیت مواد اولیه و روش مورد استفاده در ساخت آن است. به طور مثال اندازه و همگنی پودر اولیه نقش مهمی در تف‌جوشی و ریز ساختار نهایی نمونه دارد. در سال‌های اخیر ساخت مواد اولیه از روش‌های شیمی تر (Wet chemical methods) به دلیل خلوص و کیفیت این روش بسیار مورد توجه قرار گرفته است. از جمله تکنیک‌های مورد استفاده در شیمی تر می‌توان به روش‌های رسوبی (Precipitation)، سل-ژل (Sol-Gel)، هیدروترمال (Hydrothermal)، سلوترومال (Solvothermal) و غیره اشاره کرد. از روش سل-ژل به دلیل ساخت پودرهای همگن کامپوزیتی به علت مخلوط شدن خوب مواد اولیه استفاده زیادی می‌شود و در سال‌های اخیر بسیار مورد توجه قرار گرفته است [14, 15].

بنابراین هدف از تحقیق حاضر ساخت نانوذرات کامپوزیتی درجا بر پایه آلومینا-ایتريا به روش سل-ژل می‌باشد. سپس پودر حاصل مشخصه‌یابی شده و اثر عملیات حرارتی بر تغییرات فازی و اندازه بلورک‌های آن مورد بررسی قرار خواهد گرفت. پودر نانوکامپوزیتی تولیدی سپس پرس ایزواستاتیک (Isostatic press) سرد شده و در درجه حرارت‌های مختلف، تف‌جوشی (Sintering) بدون فشار شده و دانسیته و سختی این نمونه‌ها ارزیابی می‌شود.

مواد و روش تحقیق

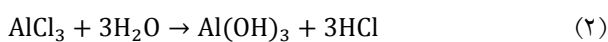
مواد اولیه برای ساخت نانوپودر به روش سل-ژل شامل $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ پودر Al ، Y_2O_3 و HCl بودند. برای این منظور ابتدا پودر اکسید ایتريوم در اسید کربدیک حل شد. سپس کلرید آلومینیوم و آلومینیوم به محلول اضافه شد. مقدار مواد اولیه بر اساس ۱۰ درصد وزنی ایتريا انتخاب شد. سپس محلول پیش‌ساز به طور مداوم در دمای ۱۰۰ درجه سانتیگراد

حرارتی شده در ۶۰۰ درجه سانتیگراد پیکی را نشان نمی‌دهد که نشان از آمورف و بی‌نظم بودن ساختار دارد. با افزایش دما تا ۷۰۰ درجه سانتیگراد پیک‌های مربوط به فاز تتا آلومینا ظاهر می‌شود. شدت این پیک‌ها تا ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد افزایش می‌یابد که نشان‌دهنده رشد بلورک‌ها و افزایش بلورینگی پودر می‌باشد. در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد شدت پیک‌های مربوط به فاز تتا آلومینا کاهش می‌یابد که نشان‌دهنده تجزیه این فاز است. در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد پیک‌های آلفا آلومینا ظاهر می‌شوند و پیک‌های مربوط به فاز تتا آلومینا حذف می‌شود. در واقع در دماهای بالا فازهای میانی آلومینا ناپایدار شده و فاز آلفا که فاز پایدار دمای بالای آلومینا است جایگزین فازهای میانی می‌شود. علاوه بر این، پیک‌های مربوط به فاز اکسید ایتیم به صورت مستقیم مشاهده نمی‌شود بلکه در ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد فاز مربوط به $YAlO_3$ هگزگونال مشاهده می‌شود.



شکل ۱ الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌ها کلسینه شده در دماهای مختلف

با افزایش دما تا ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد فاز $Y_3Al_5O_{12}$ تشکیل می‌شود. مکانیزم تشکیل فازهای این کامپوزیت را می‌توان به صورت زیر بیان کرد. ابتدا $AlCl_3$ هیدرولیز شود (واکنش (۲)).



اکسید ایتیم نیز با اسید واکنش می‌دهد و به صورت حل شده در می‌آید. واکنش (۳) نشان می‌دهد که پودر آلومینوم نیز

به مدت ۴ ساعت به هم زده شد تا مواد اولیه کاملاً حل شود و در دمای ۶۰ درجه سانتیگراد پیرسازی شد. ویسکوزیته محلول به تدریج افزایش یافت و در نهایت محلول به یک ژل سفت تبدیل شد. سپس ژل در دمای ۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ۴۸ ساعت خشک شد. ژل خشک شده در یک کوره الکتریکی در دماهای مختلف کلسینه شد و سپس با استفاده از یک محفظه آلومینا و گلوله‌های آلومینای خالص در محیط اتانول آسیاب شد تا آگلومره‌های پودر شکسته شوند. پودر بدست آمده مجدداً در دمای ۸۰ درجه سانتیگراد خشک شد. برای ساخت قطعات، پودرها در فشار ۸۰ مگاپاسکال پرس سرد شده و سپس در دماهای مختلف تفجوشی بدون فشار شد.

از آنالیز پراش اشعه ایکس (X-ray diffraction) برای بررسی فازی ژل خشک شده و پودر کلسینه شده با استفاده از دستگاه مدل فیلیپس X-pert انجام شد. همچنین برای محاسبه اندازه بلورک‌ها (Crystallite size) در نمونه‌ها با استفاده از الگوی پراش پرتو ایکس، از رابطه شرر (۱) استفاده شد [16].

$$d = \frac{0.9\lambda}{\beta \cdot \cos\theta} \quad (1)$$

در این رابطه d اندازه کریستال، λ طول موج، θ زاویه پراش و β پهنای پیک در نصف شدت ماکزیمم می‌باشد. مورفولوژی پودر و سطح قطعات کامپوزیتی با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (Scanning electron microscope) فیلیپس مدل ایکس ال ۳۰ (Phillips XL30) مورد بررسی قرار گرفت. برای نمونه‌سازی جهت تصویربرداری قطعات و پودر با استفاده از طلا پوشش‌دهی شد و سپس داخل محفظه میکروسکوپ الکترونی روبشی قرار گرفت. برای بررسی دانه‌سینه نمونه از روش ارشمیدس (Archimedes method) در مایع آب استفاده شد. سختی ویکرز (Vickers hardness) توسط دستگاه سختی‌سنجی ولپرت ۴۳۰ (Wolpert 430) با بار ۱،۵ کیلوگرم و زمان ماند ۱۵ ثانیه اندازه‌گیری شد.

نتایج و بحث

محصول تولیدی با استفاده از روش سل-ژل برای بررسی فازهای کریستالی تحت عملیات حرارتی در دماهای مختلف قرار گرفت و نتایج پراش پرتو ایکس نمونه‌ها در شکل (۱) نشان داده شده است. الگوهای پراش اشعه ایکس ژل عملیات

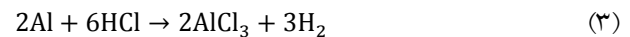
همانطور که مشاهده می‌شود با افزایش دما از ۷۰۰ درجه سانتیگراد تا ۹۰۰ درجه سانتیگراد اندازه بلورک‌ها ابتدا با نرخ کم و سپس از ۹۰۰ درجه سانتیگراد تا ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد با نرخ بالاتری رشد کرده‌اند. علت رشد بلورک‌ها با افزایش دمای کلسیناسیون را می‌توان به فعال شدن مکانیزم‌های دیفوزیون اتمی نسبت داد [19]. در واقع نانو ذرات تمایل دارند تا انرژی سطحی خود را با کاهش سطح و به عبارتی رشد ابعاد خود، کاهش دهند. با افزایش دما و با فعال شدن سیستم‌های نفوذ این امکان فراهم می‌شود. برای اینکه که علت متفاوت بودن نرخ رشد در دماهای مختلف مشخص شود باید به ارتباط بین دما و نفوذ توجه نمود. ارتباط بین دما و دیفوزیون یا همان نفوذ (D) به صورت رابطه (۵) بیان می‌شود.

$$D = A \exp - \frac{E}{RT} \quad (5)$$

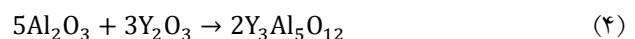
در این رابطه A یک ثابت، R ثابت گازها و T دمای مطلق می‌باشد. به دلیل ماهیت نمایی رابطه دما با دیفوزیون، با افزایش دما نرخ رشد بلورک‌ها با سرعت بیشتری افزایش می‌یابد. با این حال کاهش اندازه بلورک‌های تتا آلومینا بعد از دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به دلیل ناپایدار شدن و تجزیه این فاز می‌باشد که سبب کوچک شدن بلورک‌ها در اثر این تجزیه است. در واقع بعد از ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد تتا آلومینا تبدیل به آلفا آلومینا می‌شود که این موضوع در الگوهای پراش اشعه ایکس قابل مشاهده است. در ۱۳۰۰ درجه سانتیگراد تقریباً تمام فاز تتا آلومینا تجزیه می‌شود.

شکل (۳) تصویر میکرو سکوپ الکترونی روبشی ذره‌های پودر کامپوزیتی تولید شده به روش سل-ژل پس از کلسیناسیون در ۸۰۰ درجه سانتیگراد را نشان می‌دهد. تصویر میکرو سکوپ الکترونی نمونه‌ها نشان می‌دهد که پودر نانو کامپوزیتی دارای اشکال کروی شکل است. قسمت‌های آگلومره شده در پودر مشاهده می‌شود که در نانو ذرات این پدیده بسیار معمول است. نانو ذرات تمایل دارند تا با چسبیدن به یکدیگر سطح و در نتیجه انرژی سطحی خود را کاهش دهند. نمودار هیستوگرام نمونه‌ها نشان می‌دهد (شکل ۴) که اکثر ذرات ابعادی بین ۶۰ تا ۱۶۰ نانومتر را دارند و توزیع ذرات تقریباً یکنواخت است. این توزیع نسبتاً یکنواخت از مزایای روش‌های شیمی تر مثل سل-ژل برای تولید نانو ذرات است. در واقع به علت پخش مواد اولیه در حد

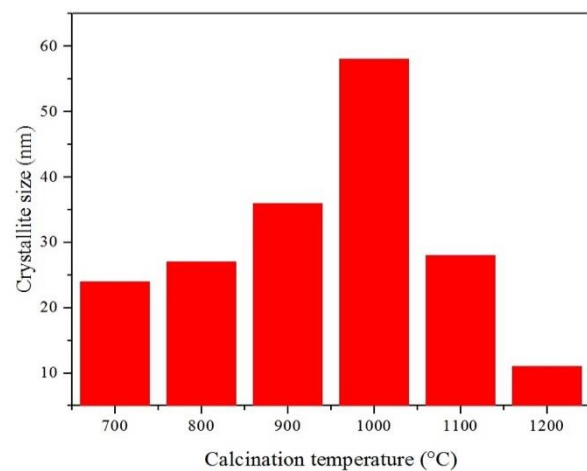
در اسید حل می‌شود و کلرید آلومینیوم و گاز هیدروژن تولید می‌کند و بنابراین از آلومینیوم به عنوان منبعی برای تولید کلرید آلومینیوم استفاده می‌شود.



در نهایت یون‌های آلومینیوم و ایتیریم در محلول وارد واکنش‌های تراکم شده و هیدروکسیدهای فلزی تشکیل می‌دهند و به ژل تبدیل می‌شوند. با افزایش دمای عملیات حرارتی، این ترکیبات ابتدا به اکسیدهای فلزی آمورف تبدیل می‌شوند که در الگوهای پراش اشعه ایکس ساختار آمورف قابل مشاهده می‌باشد. با افزایش بیشتر دمای عملیات حرارتی، فازهای آمورف به فازهای کریستالی تبدیل می‌شوند که بر اساس آنالیز پراش پرتو ایکس ابتدا فازهای میانی آلومینا متبلور می‌شود. با این حال اکسید ایتیریم قبل از تبلور با آلومینا وارد واکنش می‌شود و فاز $YAlO_3$ و در نهایت فاز $Y_3Al_5O_{12}$ را بر اساس واکنش (۴) تشکیل می‌دهد.

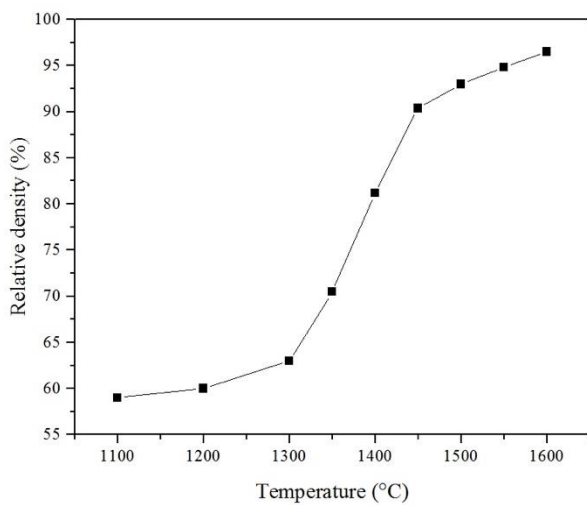


برای بررسی اندازه بلورک‌ها، از رابطه شرر و الگوهای پراش اشعه ایکس استفاده شد. از این رابطه به طور وسیع در تحقیقات مختلف برای اندازه گیری اندازه بلورک‌های کامپوزیت‌های بر پایه آلومینا استفاده شده است [17,18]. از پیک حدود ۶۷ درجه مربوط به تتا آلومینا برای محاسبات استفاده شد. نتایج به دست آمده در شکل (۲) نشان داده شده است.



شکل ۲ اندازه بلورک‌های تتا آلومینا در دماهای کلسیناسیون مختلف

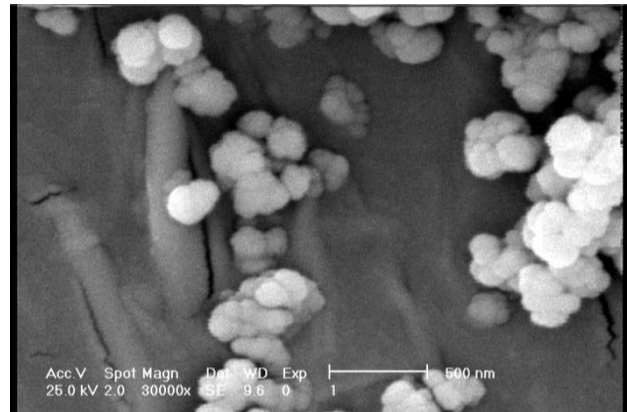
پیروی می‌کند و همانطور که در این شکل نشان داده شده است، طرح تفجوشی یک شکل سیگموئال (Sigmoidal) را نشان می‌دهد. چگالش از حدود ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد شروع می‌شود. با این حال، شیب خط در این دما کم می‌شود که نشان دهنده سرعت پایین چگالش است. این نرخ پایین به دلیل دمای پایین و کند بودن مکانیزم‌های تفجوشی است. با افزایش دما به ۱۳۰۰ درجه سانتیگراد، سرعت چگالش به طور چشمگیری افزایش می‌یابد.



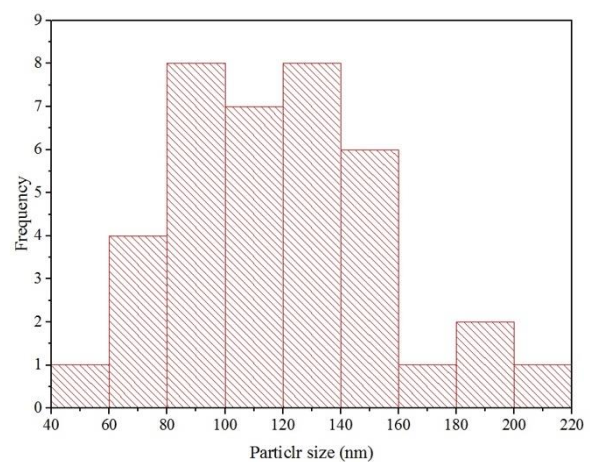
شکل ۵ چگالش نمونه‌ها با تغییر دمای تفجوشی

مشاهده می‌شود که افزایش ۲۰۰ درجه سانتیگراد دما از ۱۳۰۰ به ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد منجر به افزایش چگالی نسبی از ۶۵ درصد به بیش از ۹۰ درصد می‌شود. در این ناحیه مکانیزم‌های تفجوشی شامل دیفوزیون مرز دانه‌ای و دیفوزیون حجمی به خوبی فعال می‌شوند. در واقع تفجوشی با انتشار اتم‌ها از طریق ریزساختار شامل مرزها و داخل دانه‌ها اتفاق می‌افتد. این انتشار توسط یک گرادیان پتانسیل شیمیایی ایجاد می‌شود. اتم‌ها از ناحیه‌ای با پتانسیل شیمیایی بالاتر به ناحیه‌ای با پتانسیل شیمیایی پایین‌تر حرکت می‌کنند و به مرور زمان تخلخل‌ها پر می‌شوند. بعد از دمای ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد، وارد منطقه پایانی فرایند تفجوشی می‌شویم. در این ناحیه دوباره نرخ افزایش دانسیته، کاهش می‌یابد و شیب منحنی کم می‌شود. در این ناحیه به علت افزایش اندازه دانه‌ها و همچنین محبوس شدن تخلخل‌ها در داخل دانه، مسیرهای دیفوزیون اتم‌ها طولانی و سخت می‌شود و در نتیجه افزایش دانسیته با سرعت کمتری

مولکولی در یکدیگر و کنترل واکنش‌ها در هنگام فرایند ساخت، محصولات معمولاً یکنواختی بالایی دارند [20]. با این حال اندازه ذره‌های بدست آمده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی از اندازه بلورک‌های بدست آمده توسط الگوهای پراش اشعه ایکس بزرگتر است.



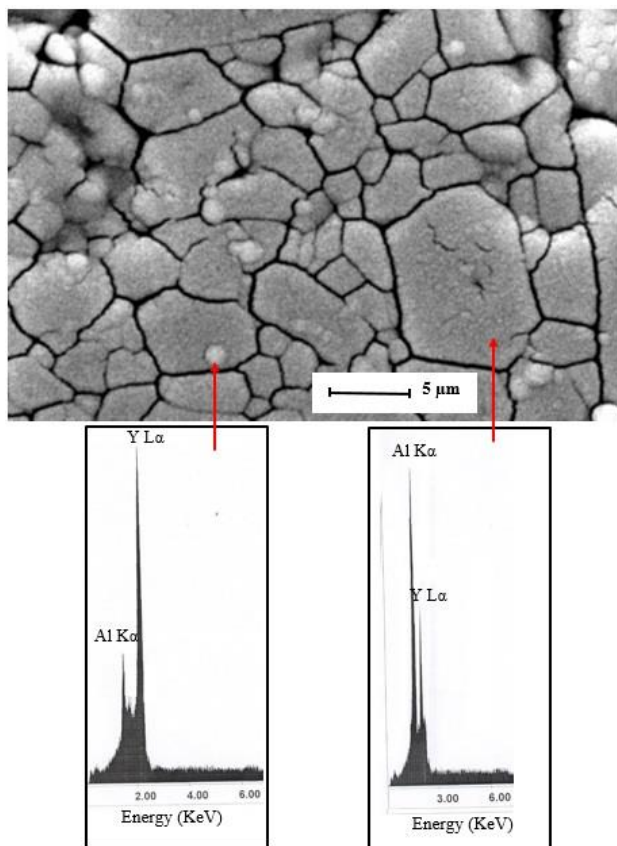
شکل ۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه کامپوزیتی کلسینه شده در ۸۰۰ درجه سانتیگراد



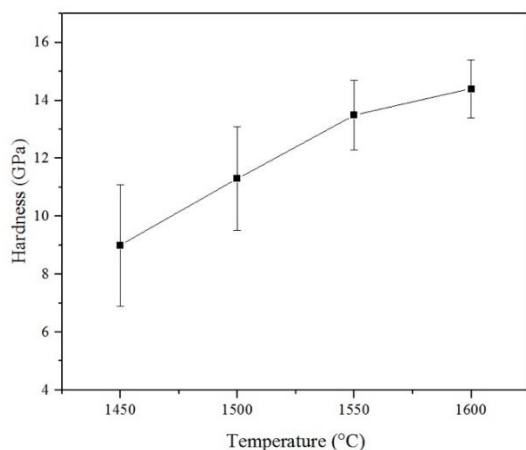
شکل ۴ هیستوگرام اندازه ذره‌های نمونه کامپوزیتی کلسینه شده در ۸۰۰ درجه سانتیگراد

پس از مشخصه‌یابی پودر تولیدی، نمونه‌های پودری کلسینه شده در ۸۰۰ درجه سانتیگراد تحت پرس ایزواستاتیک سرد در فشار ۸۰ مگاپاسکال فشرده شدند و برای تفجوشی و ساخت قطعه مترکم در کوره در دماهای مختلف قرار گرفتند. شکل (۵) دانسیته نسبی نمونه‌ها پس از عملیات تفجوشی را نشان می‌دهد. به طور کلی دانسیته نمونه‌ها روند صعودی با افزایش دما را دارد. با این حال این افزایش دانسیته از الگوی خاصی

ویکز انجام شد. اثر دمای تفجوشی بر سختی نمونه‌ها در شکل (۷) نشان داده شده است.



شکل ۶ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و نتایج طیف‌سنجی تفکیک انرژی نمونه کامپوزیتی تفجوشی شده در 1600 درجه سانتیگراد به مدت ۳ ساعت



شکل ۷ سختی نمونه‌های تفجوشی شده در دماهای مختلف

نتایج به صورت کلی نشان می‌دهد با افزایش دمای

انجام می‌شود. در این مرحله با افزایش ۱۰۰ درجه سانتیگراد از ۱۵۰۰ تا ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد تنها حدود ۶ تا ۷ درصد افزایش در چگالی نمونه‌ها دیده می‌شود. گزارش شده است در این مرحله بیشترین رشد دانه‌ها مشاهده می‌شود که امری نامطلوب در فرایند تفجوشی می‌باشد. به دلیل رشد شدید دانه‌ها در این مرحله و محبوس شدن تخلخل‌ها، گاهی با افزایش بیشتر دمای تفجوشی نیز دانسیته افزایش نخواهد یافت و فقط رشد بیشتر دانه‌ها رخ می‌دهد که امری مطلوب نمی‌باشد.

برای بررسی ریزساختار نمونه‌های تفجوشی شده در ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد از میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده شد. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی به همراه نتایج طیف‌سنجی تفکیک انرژی نمونه در شکل ۶ نشان داده شده است. همانطور که در تصویر میکروسکوپ الکترونی مشاهده می‌شود دانه‌ها نسبت به پودر اولیه رشد زیادی داشته‌اند که با توجه به دمای بالای تفجوشی، قابل انتظار بود. دانه‌ها اشکال نامنظم دارند و به صورت چندوجهی قابل مشاهده می‌باشند. همچنین دو توزیع دانه بندی را می‌توان در نمونه مشاهده کرد. تعدادی از دانه‌ها رشد بیشتری داشته‌اند و به ابعادی حدود ۴ تا ۵ میکرون می‌رسند. تعدادی دیگری از دانه‌ها ابعاد کوچکتری دارند و ابعادی زیر یک میکرون دارند. برای بررسی ترکیب شیمیایی در این دانه‌بندی‌های متفاوت، از این نقاط آنالیز طیف‌سنجی تفکیک انرژی نقطه‌ای گرفته شد. به طور کلی دو عنصر آلومینیوم و ایتیریم توسط این آنالیز مشخص شد. همانطور که نتایج در شکل (۶) نشان داده است در مناطقی که دانه‌ها درشت‌تر هستند بیشتر عنصر آلومینیوم دیده می‌شود که به نظر می‌رسد این مناطق بیشتر از آلومینا تشکیل شده است در حالی که دانه‌های ریزتر که روشن‌تر نیز می‌باشند بیشتر حاوی عنصر ایتیریم است که نشان دهنده تشکیل فازهای غنی از ایتیریم می‌باشد. بر اساس آنالیز پراش اشعه ایکس که در شکل (۱) نشان داده شد این فاز غنی از ایتیریم، فاز ایتیریم آلومینیوم گارنت یا $Y_3Al_5O_{12}$ است. به نظر می‌رسد فاز آلومینا نسبت به فاز ایتیریم آلومینیوم گارنت رشد سریع‌تری داشته است. ذرات کوچک‌تر ایتیریم آلومینیوم گارنت هم در مرز دانه‌ها و هم داخل دانه‌های آلومینا مشاهده می‌شود. در برخی نقاط هم تخلخل‌هایی دیده می‌شود.

برای بررسی خواص مکانیکی نمونه‌ها، آزمون سختی سنجی

پرس شده و در درجه حرارت های مختلف تحت عملیات تفجوشی بدون فشار قرار گرفت. نتایج پراش اشعه ایکس نشان داد که پودر تولیدی در ابتدا ساختار آمورف دارد که پس از عملیات حرارتی فازهای آلومینا و فاز ایتیریم آلومینیوم گارنت متبلور می‌شوند. تصاویر میکروسکوپی محدوده اندازه دانه‌ها برای پودر تولید شده در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد را بین ۶۰ تا ۱۶۰ نانومتر نشان داد. با افزایش دما، اندازه بلورک‌های تتا آلومینا ابتدا افزایش یافت و سپس در اثر تجزیه این فاز، ابعاد بلورک‌ها کوچک شد. نمونه‌های تفجوشی شده در دمای ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۳ ساعت به حدود ۹۶ درصد دانسیته نسبی رسیدند. سه منطقه با نرخ متفاوت چگالش در منحنی تغییرات دانسیته نسبی بر حسب دما دیده شد. سختی نمونه‌ها با افزایش دمای تفجوشی افزایش یافت به طوری که در نمونه تفجوشی شده در ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد، سختی به حدود ۱۴ گیگاپاسکال رسید.

تقدیر و تشکر

نویسندگان از حمایت دانشگاه آزاد اسلامی نجف آباد تقدیر و تشکر می‌کنند.

تفجوشی سختی نمونه‌ها افزایش می‌یابد و برای نمونه تفجوشی شده در ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۳ ساعت سختی حدود ۱۴ گیگاپاسکال است. عوامل مختلفی بر سختی یک ماده اثر دارد. اولین پارامتر مربوط به نوع ماده، طبیعت و قدرت پیوندهای آن است. عوامل ساختاری نیز بر سختی اثر دارند مثلاً هر چه اندازه دانه‌ها ریزتر باشد سختی یک نمونه بالاتر است. اما آنچه در نمونه‌های این تحقیق بیشترین اثر را دارد تخلخل‌های آن است. با افزایش درجه حرارت تفجوشی، تخلخل‌های نمونه‌ها کاهش می‌یابد که این کاهش تخلخل باعث افزایش سختی می‌شود. با این حال می‌توان برای رسیدن به سختی‌های بالاتر از روش‌های تفجوشی تحت فشار مثل روش پرس گرم استفاده کرد زیرا در این روش‌ها می‌توان به دانسیته‌های نزدیک به دانسیته تئوری رسید.

نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر پودر کامپوزیتی بر پایه آلومینا-ایتیریا به روش سل-ژل ساخته شد. پودر تولیدی در درجه حرارت‌های مختلف کلسینه شد و تغییرات فازی و اندازه بلورک‌های آن مورد بررسی قرار گرفت. سپس پودر کلسینه شده در ۸۰۰ درجه سانتیگراد،

مراجع

- [1] M. Alipour Sougavabar, S. A. Niknam, B. Davoodi, "Study of tool flank wear and surface quality in milling of AL520-MMCs reinforced with sic and sn particles," *Journal of Science and Technology of Composites*, vol. 9, no. 2, pp. 1970-1975, 2022.
- [2] Y. Chang, X. Yao, Y. Chen, D. Zou, "Review on ceramic-based composite phase change materials: preparation, characterization and application," *Composites Part B: Engineering*, vol. 254, pp. 110584, 2023.
- [3] J. Singh, A. Chauhan, "Characterization of hybrid aluminum matrix composites for advanced applications—a review," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 5, no. 2, pp. 159-169, 2016.
- [4] G. D. Zhan, A. K. Mukherjee, "Carbon nanotube reinforced alumina-based ceramics with novel mechanical, electrical, and thermal properties," *International Journal of Applied Ceramic Technology*, vol. 1, no. 2, pp. 161-171, 2004.
- [5] P. F. Becher, G. C. Wei, "Toughening behavior in sic-whisker-reinforced alumina," *Journal of the American ceramic society*, vol. 67, no. 12, pp. C- 267-C- 269, 1984.
- [6] Y. Li, Kim, Y.-H. Koh, "Improving the surface hardness of zirconia toughened alumina (zta) composites by surface treatment with a boehmite sol," *Ceramics International*, vol. 38, no. 4, pp. 2889-2892, 2012.
- [7] M. Beyhaghi, A. Kiani-Rashid, M. Kashefi, J.V. Khaki, S. Jonsson, "Investigation of in-situ synthesis and

- consolidation of NiAl–Al₂O₃ composites by reactive spark plasma sintering process using mechanically activated reaction,” *International Journal of Material Science Innovations*, Vol. 2, No. 4, pp. 100-116, 2014.
- [8] M. Beyhaghi, “investigation of influences of mechanical activation and heating rate on nanostructured NiAl–Al₂O₃ composites formation by combustion synthesis,” *Advanced Processes in Materials Engineering*, vol. 11, no. 2, pp. 1-25, 2017.
- [9] S. Ochiai, T. Ueda, K. Sato, M. Hojo, Y. Waku, N. Nakagawa, S. Sakata, A. Mitani, T. Takahashi, “Deformation and fracture behavior of an Al₂O₃/YAG composite from room temperature to 2023 K,” *Composites Science and Technology*, vol. 61, no. 14, pp. 2117-2128, 2001.
- [10] H. Wang, and L. Gao, “Preparation and microstructure of polycrystalline Al₂O₃–YAG composites,” *Ceramics international*, vol. 27, no. 6, pp. 721-723, 2001.
- [11] B. Yao, H. Su, J. Zhang, Q. Ren, W. Ma, L. Liu, H. Fu, , “Sintering densification and microstructure formation of bulk Al₂O₃/YAG eutectic ceramics by hot pressing based on fine eutectic structure,” *Materials & Design*, vol. 92, pp. 213-222, 2016.
- [12] D. Bučevac, M. Omerašević, A. Egelja, Ž. Radovanović, L. Kljajević, S. Nenadović, V. Krstić, “effect of YAG content on creep resistance and mechanical properties of Al₂O₃-YAG composite,” *Ceramics International*, vol. 46, no. 10, pp. 15998-16007, 2020.
- [13] P. Palmero, G. Fantozzi, F. Lomello, G. Bonnefont, L. Montanaro, “creep behaviour of alumina/YAG composites prepared by different sintering routes,” *Ceramics International*, vol. 38, no. 1, pp. 433-441, 2012.
- [14] R. Pournajaf, S. A. Hassanzadeh-Tabrizi, “Polyacrylamide synthesis of nanostructured copper aluminate for photocatalytic application,” *Journal of Advanced Materials and Processing*, vol. 5, no. 4, pp. 12-19, 2018.
- [15] M. Parashar V. K. Shukla, R. Singh, “metal oxides nanoparticles via sol–gel method: a review on synthesis, characterization and applications,” *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, vol. 31, pp. 3729-3749, 2020.
- [16] U. Holzwarth, N. Gibson, “The scherrer equation versus the debye-scherrer equation,” *Nature nanotechnology*, vol. 6, no. 9, pp. 534-534, 2011.
- [17] M. Beyhaghi, M. Kashefi, A. Kiani-Rashid, J.V. Khaki, S. Jonsson, “In-situ synthesis of nanostructured NiAl–Al₂O₃ composite coatings on cast iron substrates by spark plasma sintering of mechanically activated powders,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 272, pp. 254-267, 2015.
- [18] M. Beyhaghi, A. Kiani-Rashid, J.V. Khaki, M. Kashefi, S. Jonsson, “Influences of mechanical activation and heating rate on reaction processes in combustion synthesis of NiAl–Al₂O₃ composites,” *Powder Technology*, vol. 346, pp. 347-247, 2019.
- [19] D. Gouvêa, D. C. Rosário, L. B. Caliman, , “Surface and grain- boundary excess of ZnO- Doped SnO₂ nanopowders by the selective lixiviation method,” *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 100, no. 9, pp. 4331-4340, 2017.
- [20] D. L. Marchisio, F. Omegna, A. A. Barresi, P. Bowen, “effect of mixing and other operating parameters in sol– gel processes,” *Industrial & engineering chemistry research*, vol. 47, no. 19, pp. 7202-7210, 2008.