

تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای پودر آلومینا-۱۵ درصد وزنی سریا تولید شده به روش سل-ژل

سید علی حسن‌زاده تبریزی*

مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجف‌آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف‌آباد، ایران.

(تاریخ دریافت: ۱۴۰۱/۱۲/۲۱؛ تاریخ پذیرش: ۱۴۰۲/۳/۳)

چکیده: در تحقیق حاضر ذرات آلومینا-سریا به روش سل-ژل ساخته شد. ذرات تولیدی با روش‌های پراش پرتو ایکس و میکروسکوپ الکترونی روشی مشخصه‌یابی شد. سپس کامپوزیت‌های زمینه آلومینا حاوی ۱۵ درصد وزنی سریا تحت فشار ۸۰ مگاپاسکال در دماهای مختلف توسط فرآیند تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای ساخته شدند. نتایج پراش اشعه ایکس نشان داد که پودر تولیدی قبل از عملیات حرارتی ساختار آمورف دارد که پس از کلسیناسیون در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس فاز میانی آتا آلومینا و اکسید سریم تشکیل می‌شوند. ذرات تولیدی ابعادی حدود ۲۵۰ نانومتر دارند. تأثیر دمای تفجوشی بر چگالی نمونه‌ها، اندازه دانه‌ها و سختی کامپوزیت‌ها مورد بررسی قرار گرفت. نمونه‌ها در دمای حدود ۱۴۰۰ درجه سلسیوس متراکم شدند و به چگالی حدود ۹۷ درصد چگالی تئوری رسیدند. تجزیه و تحلیل ریزساختار نشان داد که دانه‌های کامپوزیت با افزایش دمای کامپوزیت رشد کرده‌اند. نتایج نشان داد افزایش دما و فشار در فرایند تفجوشی باعث افزایش چگالی نمونه‌ها می‌شود. سختی و یک‌رکز کامپوزیت‌ها با افزایش دمای تفجوشی افزایش یافت و نمونه‌های کامپوزیتی تفجوشی شده در ۱۴۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۲۰ دقیقه در فشار ۸۰ مگاپاسکال دارای بالاترین سختی و یک‌رکز حدود ۱۵/۳ گیگاپاسکال بود.

واژه‌های کلیدی: تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای، کامپوزیت، آلومینا، سریا، سل-ژل.

Spark Plasma Sintering of Alumina- 15 wt.% Ceria Powder Prepared by Sol-Gel Method

S.A. Hassanzadeh-Tabrizi*

Advanced Materials Research Center, Department of Materials Engineering, Najafabad Branch, Islamic Azad University, Najafabad, Iran

* مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: hassanzadeh@pmt.iaun.ac.ir

ABSTRACT

In the present research, alumina-ceria particles were synthesized by a sol-gel method. The produced particles were characterized by X-ray diffraction and scanning electron microscopy. Then, alumina matrix composites containing 15 wt.% of ceria were densified under 80 MPa pressure at different temperatures by spark plasma sintering process. X-ray diffraction results showed that the powder produced before heat treatment has an amorphous structure, while alumina and ceria phases are formed after calcination at 800 °C. The produced particles have an average particle size of 250 nm. The effect of sintering temperature on the density of samples, grain size, and hardness of composites was investigated. The samples were densified at about 1400 °C, reaching a density of about 97% of the theoretical density. The microstructure analysis revealed that the composite grains have grown with increasing sintering temperature. The results declared that increasing the temperature and pressure in the sintering process enhances the density of the samples. The Vickers hardness of the composites increased with increasing sintering temperature, as the composite samples sintered at 1400 °C for 20 minutes at a pressure of 80 MPa had the highest Vickers hardness of about 15.3 GPa.

Keywords: Spark plasma sintering, Composite, Alumina, Ceria, Sol-gel.

۱- مقدمه

کامپوزیت‌های پایه آلومینا به دلیل ویژگی‌ها ویژه مثل سختی، استحکام بالا، مقاومت سایشی و غیرسمی بودن به طور وسیع در صنایع مختلف به عنوان ابزار برش، کاشتنی‌های پزشکی و کاربردهای ساختاری در دمای بالا مورد استفاده قرار می‌گیرد. به خصوص، در ارتوپدی، مقاومت به ترک بیشتر و چقرمگی بیشتر نسبت به آلومینا تک فاز از خود نشان می‌دهند. بنابراین در سال‌های اخیر ساخت کامپوزیت‌های مختلف از آلومینا بسیار مورد توجه قرار گرفته است (۱ و ۲).

استفاده از ذرات با ابعاد زیر میکرون به دلیل ویژگی‌ها ویژه آن‌ها در دهه‌های اخیر در ساخت قطعات مهندسی بسیار پر استفاده شده است. به طور مثال گزارش شده است ذرات زیرمیکرون به دلیل داشتن نسبت سطح به حجم بالا، نیروی محرکه تف‌جوشی بالایی دارند و می‌توانند ریزساختارهای ویژه‌ای ایجاد کنند. این ویژگی‌ها ویژه که در نهایت می‌تواند سبب استحکام و سختی بالا شود در مواد با ساختار درشت مشاهده نمی‌شود (۳). با این حال در مواد سرامیکی اکسیدی مثل آلومینا و کامپوزیت‌های آن به دلیل قدرت بالای پیوندها، نفوذ اتم‌ها به سختی و در دماهای بالا رخ می‌دهد که این پدیده سبب می‌شود تا تف‌جوشی این مواد توسط روش‌های معمولی مثل تف‌جوشی بدون فشار به سختی و به طور ناقص رخ دهد و در نتیجه قطعه نهایی ویژگی‌ها مطلوب مهندسی را نداشته باشد. علاوه بر این، نرخ گرمایش پایین مورد استفاده در تف‌جوشی

معمولی و مدت زمان گرمایش طولانی منجر به درشت شدن شدید دانه‌ها می‌شود که این رشد شدید دانه‌ها ویژگی‌ها مکانیکی را تضعیف می‌کند. برای حل این مشکلات از روش‌های ویژه تف‌جوشی مثل پرس گرم، پرس گرم ایزواستاتیک، تف‌جوشی سریع و غیره استفاده شود (۴). یکی از روش‌های جدید تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای است. روش تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای یکی از تکنیک‌های متراکم شدن سریع قطعات است. برخی تحقیقات نشان داده است که نرخ گرمایش بالا، محدودیت شدیدی بر رشد دانه در این روش دارد. فشار زیاد متغیر دیگری است که به شدت بر چگالی نهایی قطعات به دست آمده از پودرهای زیر میکرون تأثیر می‌گذارد. به طور خلاصه ترکیب نرخ گرمایش سریع و فشار زیاد عوامل تأثیر-گذاری برای به دست آوردن قطعات با چگالی بالا و ریزساختار کنترل شده است (۵).

با این حال برای به دست آوردن قطعات با کیفیت بالا در تف‌جوشی بایستی پودر دارای ابعاد ریز، کیفیت بالا و یکنواختی مناسب باشد (۶). روش‌های گوناگونی برای تولید ذرات سرامیکی وجود دارد. در میان روش‌های مختلف تولید، روش‌های بر پایه شیمی - تر می‌تواند نانوذراتی در ابعاد کنترل شده و همچنین خلوص بالا ایجاد کند (۶۷). روش‌های گوناگونی از تولید ذرات به روش شیمی - تر وجود دارد که می‌توان به روش رسوبی، هیدروترمال، سلووترمال، سل - ژل و غیره اشاره کرد. از میان این روش‌ها، سل - ژل برای ساخت پودرهای با کیفیت

بدون فشار ساخته شده و اثر سریا بر خواص مکانیکی آن مورد مطالعه قرار گرفته است اما تاکنون گزارشی درباره ساخت این کامپوزیت به روش تفجوشی پلاسمای جرقه ارائه نشده است. بنابراین در این تحقیق ابتدا پودر کامپوزیتی آلومینا-سریا به روش سل-ژل ساخته و مشخصه‌یابی می‌شود. سپس پودر-های تولیدی برای ساخت کامپوزیت‌های زمینه آلومینا حاوی ۱۵ درصد وزنی سریا تحت فشار ۸۰ مگاپاسکال در دماهای گوناگون توسط فرآیند تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای استفاده می‌شوند. همچنین سختی کامپوزیت‌های تفجوشی شده به روش پلاسمای جرقه‌ای مورد ارزیابی قرار خواهد گرفت.

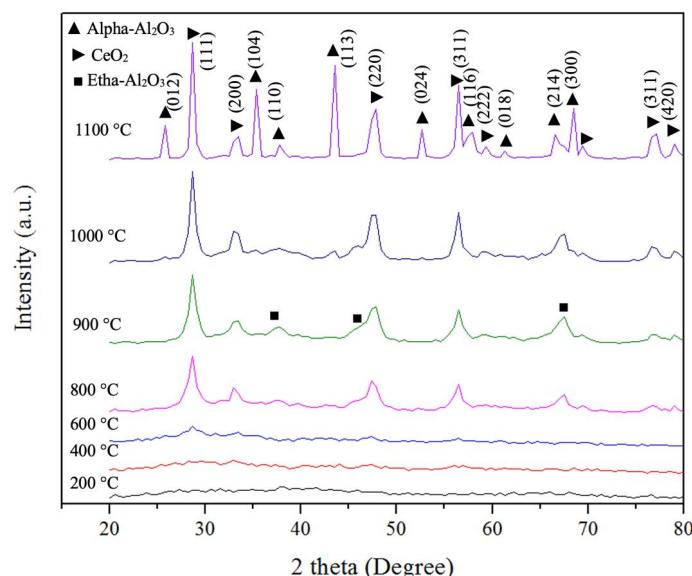
۲- مواد و روش تحقیق

مواد اولیه در این پژوهش برای سنتز پودر آلومینا-سریا به روش سل-ژل، با استفاده از $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ ، پودر Al ، $CeCl_3 \cdot 7H_2O$ و HCl (Merck) انجام شد. مواد اولیه به جز آلومینیوم ساخت شرکت مرک می‌باشد. پودر آلومینیوم با خلوص ۹۹/۵ درصد وزنی ساخت دانشگاه مالک اشتر است. این پودر دارای شکل کروی با قطر متوسط اندازه حدود ۳۸ میکرون است. لازم به ذکر است پودر آلومینیوم هنگام ساخت نمونه در اسید حل می‌شود و در نتیجه سایز بزرگ استفاده شده این پودر مشکلی در مرحله تولید ایجاد نمی‌کند. برای تهیه سل، ابتدا کلرید آلومینیوم و کلرید سریم در آب دیونیزه و اسیدکلریدریک حل شدند. سپس پودر آلومینیوم به محلول اضافه شد. سپس محلول به‌طور مداوم در دمای ۱۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۳ ساعت به هم زده شد تا مواد اولیه کاملاً حل شوند. ویسکوزیته محلول به تدریج افزایش می‌یابد و در نهایت ژل تشکیل می‌شود. محصول حاصل در دمای ۸۰ درجه سلسیوس به مدت ۴۸ ساعت خشک شد. ژل خشک شده در کوره در دماهای گوناگون کلسینه شد و سپس در محیط اتانول آسیاب‌کاری شد. نسبت وزن گلوله به پودر و اتانول به پودر در روش آسیاب به ترتیب ۱ به ۶ و ۱ به ۸ بود. پودر به دست آمده دوباره در دمای ۸۰ درجه سلسیوس خشک شد. برای فرآیند

بالا توسعه یافته است. برای پودرهای پیچیده می‌توان به یکنواختی فوق‌العاده بالا از چندین جزء در مقیاس مولکولی دست یافت (۸-۱۰).

سریا یک سرامیک با نقطه ذوب ۲۷۰۰ درجه سلسیوس است که در کاربردهایی مثل جاذب نور فرابنفش و فیلتر استفاده می‌شود (۱۱). این ماده یکی از پایدارکننده‌های مهم سرامیکی برای زیرکونیا می‌باشد (۱۲). سیستم‌های دوتایی آلومینا-سریا امروزه یکی از کامپوزیت‌ها برای حذف آلاینده‌ها در گازهای خروجی خودرو است (۱۳ و ۱۴). در این سیستم آلومینا به عنوان یک ماده پشتیبان عمل می‌کند. سریا نیز به دلیل دارا بودن خواصی مثل قابلیت تحویل اکسیژن به هیدروکربن‌ها، یک عامل مناسب برای واکنش احتراق می‌باشد (۱۵ و ۱۶). ترکیب دوتایی آلومینا-سریا به صورت کامپوزیت با اکسیدهای نیمه هادی مثل اکسید روی در حذف آلاینده‌های آلی نتایج موفقیت‌آمیزی را نشان داده است (۱۷). همچنین محققین گزارش کرده‌اند که افزودن مقادیر مختلف سریا به آلومینا می‌تواند سبب بهبود خواص مکانیکی آلومینا شود (۱۸). علاوه بر این افزودن سریا سبب جلوگیری از رشد دانه‌های آلومینا می‌شود. در تحقیقی دیگر اثر افزودن سریا بر سیستم آلومینا-تیتانیم بررسی شده است و نتایج این تحقیق نشان داده است که افزودن سریا سبب بهبود خواص مکانیکی می‌شود به طوری که نمونه تولیدی در این تحقیق به دانسیته بیش از ۹۷ درصد با سختی حدود ۱۵ گیگاپاسکال رسیده است (۱۹). با این حال روش تفجوشی بدون فشار که برای ساخت این کامپوزیت استفاده شده است سبب ایجاد رشد افراطی دانه‌ها می‌شود. بنابراین به نظر می‌رسد می‌توان با استفاده از روش‌های تفجوشی تحت فشار، کنترل بیشتری بر ساختار و خواص نهایی ماده ایجاد کرد. از سریا برای بهبود خواص تفجوشی و خواص مکانیکی کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا نیز استفاده شده است (۲۰). نتایج این تحقیق نشان داد افزودن سریا سبب بهبود استحکام و چقرمگی نمونه-های کامپوزیتی دوتایی می‌شود.

اگر چه در تحقیقات قبلی این کامپوزیت به روش سیتتر



شکل ۱- الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه کامپوزیتی آلومینا- سریا کلسینه شده در دماهای مختلف.

میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل میرا استفاده شد. برای بررسی سطح، نمونه‌ها پولیش شده و سپس در ۱۰۰ درجه سلسیوس کمتر از دمای تف‌جوشی اچ حرارتی شد. برای تصویربرداری نمونه‌ها ابتدا بر روی پایه چسبانده شد و سپس بر روی آن پوششی از طلا اعمال شد. چگالی نمونه‌ها با روش ارشمیدس^۱ تعیین شد و از آب به‌عنوان مایع غوطه‌وری استفاده شد. سختی ویکرز^۲ توسط دستگاه سختی‌سنجی Wolpert 430SVD با بار ۱/۵ کیلوگرم و زمان ماند ۱۵ ثانیه اندازه‌گیری شد.

۳- نتایج و بحث

شکل (۱) آنالیز پراش پرتو ایکس^۳ مربوط به نمونه پودر کامپوزیتی عملیات حرارتی شده در دماهای گوناگون را نشان می‌دهد. همان‌طور که الگوی پراش کلسینه شده در ۲۰۰ درجه سلسیوس نشان می‌دهد نمونه تولید شده پیک مشخصی ندارد و ساختار آمورف و بی‌نظم است. با افزایش درجه حرارت در حدود ۶۰۰ درجه سلسیوس پیک‌های فاز اکسید سریم با ساختار مکعبی آشکار می‌شوند. در ۸۰۰ درجه سلسیوس فاز میانی اتا آلومینا نیز در کنار فاز اکسید سریم نمایان می‌شود. افزایش دما همچنین شدت پیک‌های پراش را افزایش می‌دهد

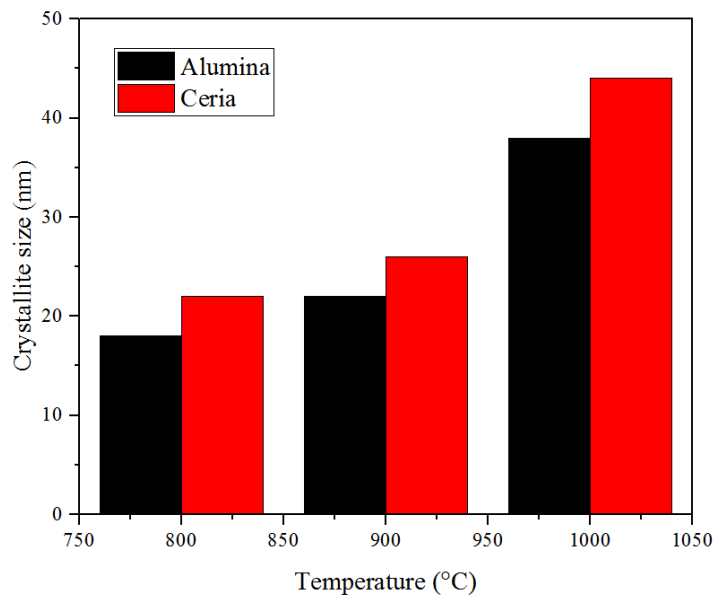
تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای، ۲ گرم از پودرهای کامپوزیتی عملیات حرارتی شده در ۸۰۰ درجه سلسیوس و آسیاب شده، در قالب گرافیتی به قطر ۲۰ میلی‌متر ریخته شد و در خلأ در دمای ۱۲۰۰ تا ۱۴۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۲۰ دقیقه تف‌جوشی شد. لازم به ذکر است که زمان تف‌جوشی زمانی است که نمونه در دمای بیشینه قرار دارد. از دستگاه تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای مدل ۱۰-۶۰ ساخت شرکت مالک استفاده شد. دمای فرایند توسط یک پیرومتر نوری اندازه‌گیری شد. متغیرهای تف‌جوشی نمونه‌ها فشار ۸۰ مگاپاسکال و نرخ گرمایش ۵۰ درجه سلسیوس بر دقیقه بود.

برای بررسی تشکیل فازها از دستگاه پراش پرتو ایکس فیلیپس ساخت شرکت هلند استفاده شد. آنالیز با استفاده از تابش $\text{CuK}\alpha$ با طول موج ۱/۵۴ آنگستروم انجام شد. همچنین برای محاسبه اندازه کریستال‌ها با استفاده از الگوی پراش پرتو ایکس، از رابطه شرر (۱) استفاده شد (۲۱).

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

در این رابطه d اندازه کریستال، λ طول موج، θ زاویه پراش و β پهنای پیک در نصف شدت ماکزیمم است.

به‌منظور بررسی شکل، ریزساختار و اندازه دانه‌ها از



شکل ۲- اندازه بلورک‌های آلومینا و سریا در دماهای مختلف کلسیناسیون.



در نهایت گروه‌های هیدروکسید فلزی در پایان و پس از واکنش‌های متراکم شدن به صورت ژل در کنار هم قرار می‌گیرند. با افزایش دمای عملیات حرارتی، گروه‌های هیدروکسید ابتدا به اکسیدهای فلزی آمورف تبدیل می‌شوند که در الگوهای پراش اشعه ایکس ساختار آمورف قابل مشاهده بود. با افزایش بیشتر دمای عملیات حرارتی، فازهای آمورف به فازهای کریستالی تبدیل می‌شوند. نتایج پراش اشعه ایکس نشان می‌دهد که هیچ واکنش ناخواسته و یا تشکیل فاز ثانویه بین آلومینا و سریا رخ نداده است و به عبارتی این دو فاز به صورت کامپوزیتی در کنار هم قرار گرفته‌اند.

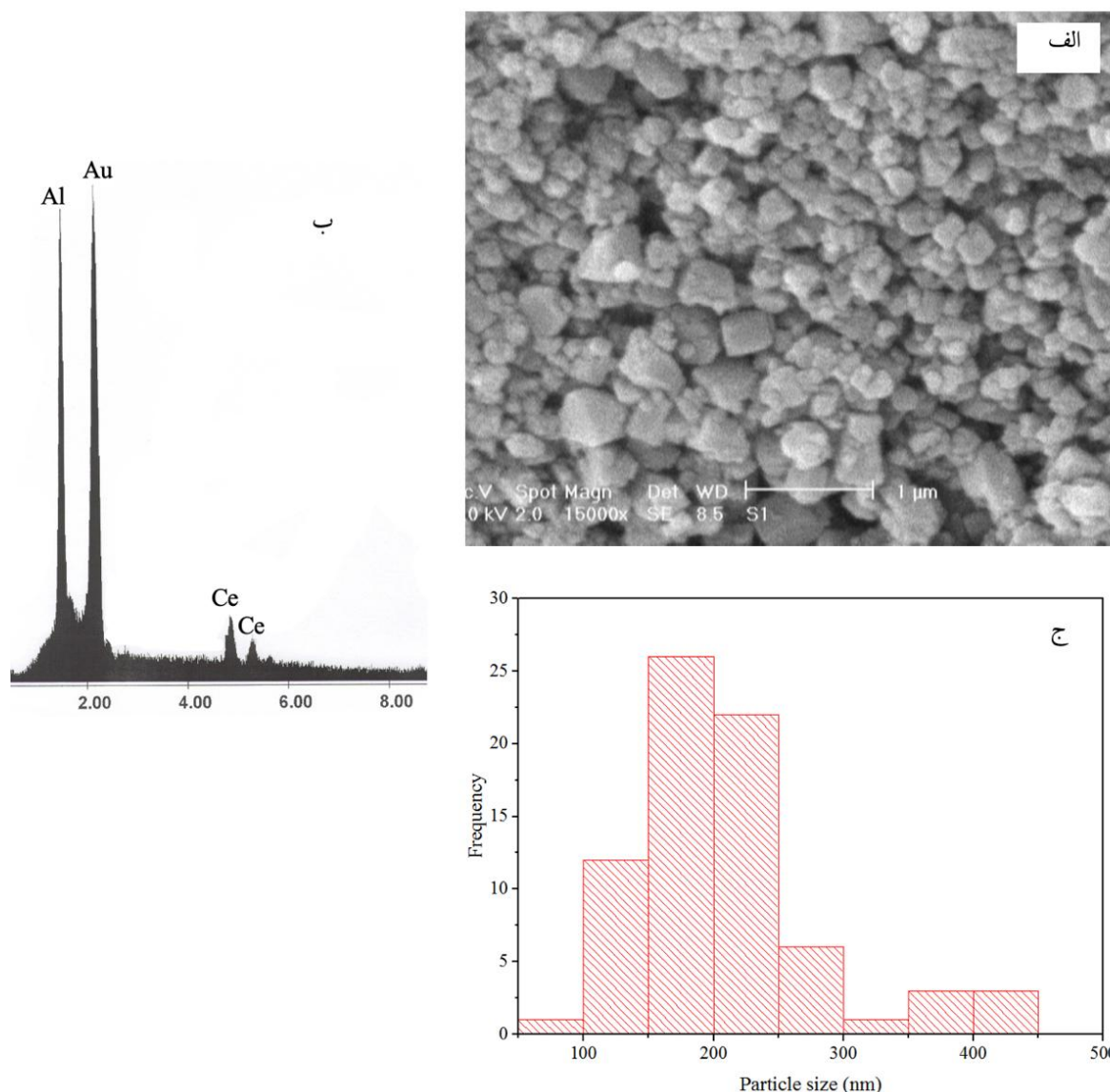
اندازه بلورک‌ها برای آلومینا و سریا در نمونه کامپوزیتی با استفاده رابطه شرر^۴ محاسبه شد و نتایج آن در شکل (۲) نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود با افزایش دما اندازه بلورک‌ها برای آلومینا و سریا افزایش می‌یابد. این افزایش اندازه به دلیل فعال شدن نفوذ اتم‌ها در دماهای بالاتر است. علاوه بر این به نظر می‌رسد اندازه بلورک‌های تشکیل شده در آلومینا کوچک‌تر از سریا می‌باشد.

تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی^۵، آنالیز طیف‌سنجی

که نشان‌دهنده افزایش بلورینگی پودرها می‌باشد و همچنین پهنای پیک‌ها با افزایش دما کاهش می‌یابد که نشانگر رشد بلورک‌های متبلور شده است. در واقع افزایش درجه حرارت سبب می‌شود که نفوذ اتم‌ها تسریع شده و در نتیجه بلورک‌ها برای کاهش انرژی سطحی رشد می‌کنند. با افزایش بیشتر دمای عملیات حرارتی، فاز آتا آلومینا به فاز آلفا آلومینا که فاز دمای بالا و پایدار اکسید آلومینیوم می‌باشد تشکیل می‌شود. مکانیزم تشکیل فازهای این کامپوزیت را می‌توان به صورت زیر بیان کرد. ابتدا کلرید آلومینیوم برای تولید سل هیدرولیز شود (واکنش (۲)).



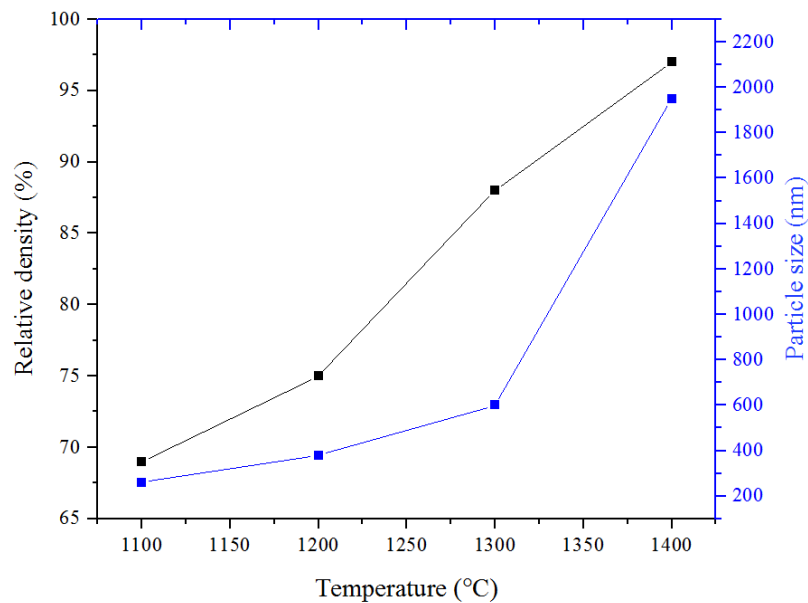
سریم دارای دو حالت اکسیداسیون مثبت ۳ و مثبت ۴ می‌باشد. گزارش شده است در محیط‌های اسیدی مانند تحقیق حاضر یون سریم از حالت اکسیداسیون مثبت ۳ به حالت اکسیداسیون مثبت ۴ تغییر عدد اکسیداسیون می‌دهد. به عبارت دیگر یون سریم به شکل $\text{Ce}(\text{OH})_4$ هیدولیز می‌شود. واکنش (۳) نشان می‌دهد که پودر آلومینیوم با اسید کلریدریک واکنش می‌دهد و کلرید آلومینیوم و گاز هیدروژن تولید می‌کند و بنابراین می‌توان از آلومینیوم به عنوان منبعی از کلرید آلومینیوم استفاده می‌شود.



شکل ۳- الف) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبش نمونه کامپوزیتی کلسینه شده در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس، ب) آنالیز طیف‌سنجی تفکیک انرژی و ج) نمودار هیستوگرام اندازه دانه‌ها.

خود را کاهش می‌دهند. آنالیز طیف‌سنجی تفکیک انرژی حضور عناصر آلومینیوم و سریم را در پودر نشان می‌دهد که به وجود اکسید سریم و اکسید آلومینیوم نسبت داده می‌شوند. وجود پیک طلا در آنالیز طیف‌سنجی تفکیک انرژی به علت پوشش طلای اعمال شده برای تصویربرداری نمونه می‌باشد. حضور عنصر دیگر که نشان‌دهنده وجود ناخالصی در نمونه‌ها باشد مشاهده نشد. از مزیت‌های روش سل-ژل خلوص بالای محصول تولیدی می‌باشد؛ زیرا در این روش پیش ماده‌ها خلوص بالایی

تفکیک انرژی^۶ و نمودار هیستوگرام ذرات سنتز شده مربوط به نمونه کامپوزیتی که در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس کلسینه شده‌اند در شکل (۳) نشان داده شده است. همان‌طور که مشخص است ذرات کامپوزیتی با دو مرفولوژی کروی و نامنظم در نمونه مشاهده می‌شود. ذرات به یکدیگر چسبیده‌اند که به علت انرژی سطحی بالای این مواد است. به عبارت دیگر پودرها با ابعاد زیر میکرون برای کاهش انرژی سطحی به یکدیگر می‌چسبند و آگلومره می‌شوند و به این طریق سطح

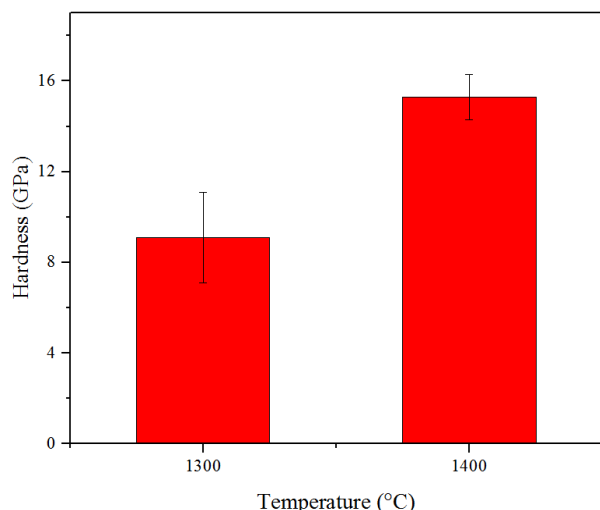


شکل ۴- چگالی و اندازه دانه‌های نمونه کامپوزیتی تفجوشی شده در درجه حرارت‌های مختلف.

سبب تسریع حرکت اتم‌ها می‌شود که با فعال شدن مکانیزم‌های سینتر مثل نفوذ مرز دانه‌ای و نفوذ حجمی دانه‌ها رشد می‌کنند. ریزساختار نمونه‌های مشاهده شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی از کامپوزیت آلومینا-سریا پس از تفجوشی در دمای ۱۲۰۰ و ۱۴۰۰ درجه سلسیوس برای مدت زمان ۲۰ دقیقه در شکل (۵) نشان داده شده است. همان‌طور که مشخص است، در نمونه تفجوشی شده در ۱۲۰۰ درجه سلسیوس منافذ و تخلخل‌ها بین ذرات کامپوزیت به وضوح یافت می‌شود و ریزساختار تراکم بالایی ندارد. در حقیقت در این درجه حرارت دمای فرایند به اندازه‌ای نمی‌باشد که نفوذ اتم‌ها به‌خوبی انجام شود. وجود گردنه‌ها و چسبیدن ابتدایی ذرات نشان می‌دهد که تفجوشی آغاز شده است اما هنوز نمونه در مراحل اولیه و میانی تفجوشی قرار دارد. بررسی ریز ساختار برای نمونه تفجوشی شده در ۱۴۰۰ درجه سلسیوس نشان می‌دهد که تخلخل‌ها به‌طور قابل توجهی حذف شده‌اند و ساختار متراکمی ایجاد شده است. علاوه بر این دانه‌ها نسبت به نمونه تفجوشی شده در ۱۲۰۰ درجه سلسیوس رشد قابل توجهی را نشان می‌دهند. همان‌طور که قبلاً اشاره شد معمولاً در مراحل پایانی تفجوشی رشد قابل توجه دانه‌ها قابل انتظار می‌باشد.

دارند و فرایند ساخت معمولاً تمیز است. هیستوگرام توزیع اندازه ذرات نشان می‌دهد بیشتر ذرات نانوپودر که در ۸۰۰ درجه سلسیوس کلسینه شده‌اند ابعادی در محدوده ۱۰۰ تا ۳۰۰ نانومتر دارند.

شکل (۴) رابطه چگالی نسبی و اندازه دانه‌ها با دمای تفجوشی نمونه‌ها پس از زمان تفجوشی ۲۰ دقیقه در دمای بیشینه را نشان می‌دهد. همان‌طور که در شکل (۴) مشاهده می‌شود، چگالی نسبی نمونه‌ها تابعی از دمای تفجوشی است. چگالی نسبی به‌طور پیوسته تا ۹۷ درصد با افزایش دمای تفجوشی افزایش یافت. همچنین، نتایج نشان می‌دهد که دماهای نسبتاً بالا برای دستیابی به چگالی بالاتر مورد نیاز است. رشد دانه‌ها نیز با افزایش دمای تفجوشی افزایش می‌یابد. این پدیده خصوصاً در مراحل پایانی تفجوشی شدیدتر است. افزایش نرخ رشد دانه‌ها در مراحل آخر افزایش چگالی به‌علت حذف تخلخل‌های نمونه می‌باشد. وجود تخلخل‌ها باعث قفل شدن مرزدانه شده و در نتیجه از حرکت آن‌ها و رشد دانه جلوگیری می‌کند (۲۲). در مرحله آخر تفجوشی تخلخل‌ها حذف می‌شوند و در نتیجه با آزاد شدن مرزهای دانه، نرخ رشد دانه‌ها افزایش می‌یابد (۲۳ و ۲۴). به عبارت دیگر، دمای بالا

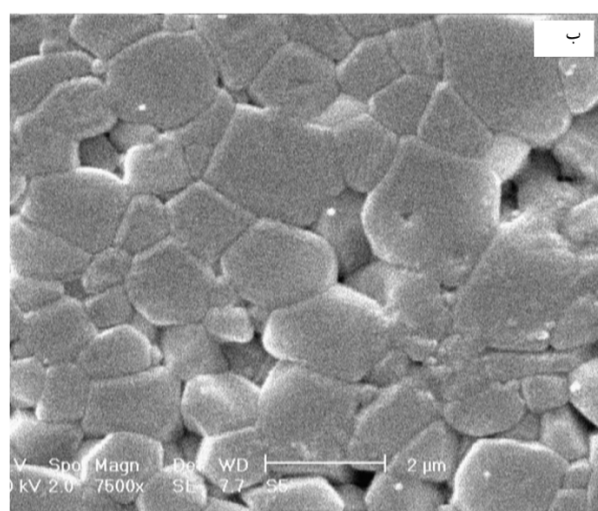
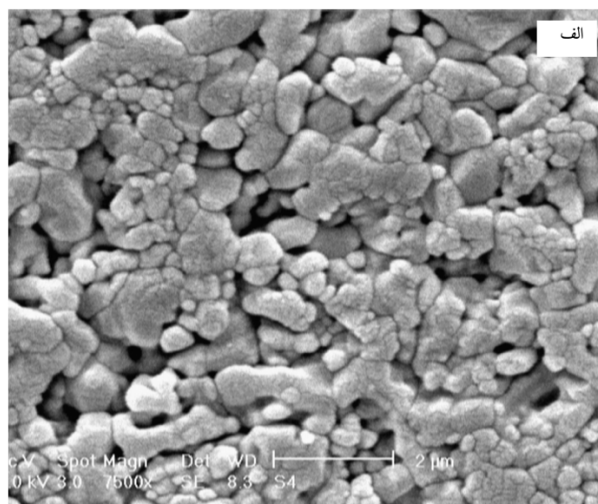


شکل ۶- سختی نمونه‌های کامپوزیتی تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای شده در دماهای ۱۳۰۰ درجه سلسیوس و ۱۴۰۰ درجه سلسیوس.

تخلخل نمونه‌ها است. همان‌طور که نتایج قبلی نشان داد با افزایش دمای تفجوشی تخلخل نمونه‌ها به شدت کاهش می‌یابد که این باعث افزایش سختی در نمونه‌ها می‌شود. نمونه که در ۱۴۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۲۰ دقیقه تفجوشی شده است به سختی در حدود ۱۵/۳ گیگاپاسکال رسید.

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش پودر کامپوزیتی آلومینا-سریا به روش سل-ژل با استفاده از نمک‌های فلزی و پودر آلومینیوم سنتز شد. سپس پودر حاصل در درجه حرارت‌های مختلف تحت عملیات تفجوشی پلاسمای جرقه قرار گرفت. مکانیزم ساخت این کامپوزیت به روش سل-ژل بحث شد. نتایج پراش اشعه ایکس نشان داد که پودر کامپوزیتی در ابتدا ساختار آمورف دارد که پس از عملیات حرارتی فازهای آلومینا و سریا متبلور می‌شوند. عکس‌های میکروسکوپی محدوده اندازه دانه‌ها برای پودر کامپوزیت تولید شده در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس را بین ۱۰۰ تا ۳۰۰ نانومتر نشان داد. با افزایش دما اندازه دانه‌ها و بلورک‌ها در نمونه‌ها افزایش یافت. نمونه‌های تفجوشی شده



شکل ۵- عکس‌های SEM نمونه کامپوزیتی تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای شده در دماهای الف) ۱۲۰۰ درجه سلسیوس و ب) ۱۴۰۰ درجه سلسیوس.

برای بررسی اثر دمای تفجوشی بر سختی نمونه‌ها آزمون سختی ویکرز انجام شد. تغییر سختی ویکرز نمونه‌های کامپوزیت آلومینا-سریا در شکل (۶) نشان داده شده است. سختی ویکرز با افزایش دمای تفجوشی به مقدار قابل توجهی افزایش یافت. معمولاً، سختی کامپوزیت‌ها به متغیرهای مختلفی بستگی دارد. از جمله متغیرهای مهم می‌توان به سختی اجزاء سازنده، درصد هر جزء سازنده، چگالی و مقدار تخلخل نمونه و اندازه دانه‌های اجزاء سازنده اشاره کرد (۲۵ و ۲۶). در نمونه‌های مورد بررسی به نظر می‌رسد مهم‌ترین عامل تأثیرگذار

تشکر و سپاسگزاری

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

تضاد منافع

نویسندگان مقاله اذعان می‌دارند هیچ نوع تضاد منافی با شخص، شرکت یا سازمانی برای این پژوهش ندارند.

در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس در فشار ۸۰ مگاپاسکال و زمان ۲۰ دقیقه به حدود ۹۷ درصد چگالی نسبی رسیدند. رشد دانه‌ها در مرحله پایانی تف‌جوشی با نرخ بالاتری افزایش یافت که به‌علت حذف تخلخل‌های نمونه‌ها و آزاد شدن مرز دانه‌ها می‌باشد. سختی نمونه‌ها با افزایش دمای تف‌جوشی افزایش یافت به‌طوری که در نمونه تف‌جوشی شده در ۱۴۰۰ در فشار ۸۰ مگاپاسکال و زمان ۲۰ دقیقه سختی به حدود ۱۵/۳ گیگاپاسکال رسید.

واژه‌نامه

1. Archimedes method
2. Vickers hardness
3. X-ray diffraction (XRD)
4. Scherrer equation
5. scanning electron microscope (SEM)
6. energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS)

مراجع

1. Krishnan SV, Ambalam MM, Venkatesan R, Mayandi J, Venkatachalapathy V. Technical review: improvement of mechanical properties and suitability towards armor applications–alumina composites. *Ceramics International* 2021;47(17):23693–23701. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.05.146>
2. Saktani ZDI, Arab A, Mohamed JJ, Ahmad ZA. Effects of additives additions and sintering techniques on the microstructure and mechanical properties of Zirconia Toughened Alumina (ZTA): A review. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 2022;105870. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2022.105870>
3. Sai Krishna Samudrala C, Krishna Sai Radhi P, Murthy BS. Metal, ceramics and polymer nano-composites for various applications: A review. *Materials Today: Proceedings* 2022;56:1120–1128. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.10.316>
4. Meng F, Liu C, Zhang F, Tian Z, Huang W. Densification and mechanical properties of fine-grained $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2$ composites consolidated by spark plasma sintering. *Journal of Alloys and Compounds* 2012;512(1):63–67. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.09.015>
5. Oguntuyi SD, Malatji N, Shongwe MB, Johnson OT, Khoathane C, Tshabalala L. The influence of Si_3N_4 on the microstructure, mechanical properties and the wear performance of $\text{TiB}_2\text{--SiC}$ synthesized via spark plasma sintering. *International Journal of Lightweight Materials and Manufacture* 2022;5(3):326–338. <https://doi.org/10.1016/j.ijlmm.2022.04.004>
6. Ma J, Lim LC. Effect of particle size distribution on sintering of agglomerate-free submicron alumina powder compacts. *Journal of the European Ceramic Society*. 2002; 22(13):2197–2208. [https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(02\)00009-2](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(02)00009-2)
7. Pournajaf R, Hassanzadeh-Tabrizi SA. Polyacrylamide synthesis of nanostructured copper aluminate for photocatalytic application. *Journal of Advanced Materials and Processing* 2018;5(4):12–19.
8. Benrezgua E, Deghfel B, Abdelhalim Z, Basirun WJ, Amari R, Boukhari A, et al. Synthesis and properties of copper doped zinc oxide thin films by sol-gel, spin coating and dipping: A characterization review. *Journal of Molecular Structure* 2022;133639. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2022.133639>
9. Tanveer M, Nisa I, Nabi G, Hussain MK, Khalid S, Qadeer MA. Sol-gel extended hydrothermal pathway for novel Cd-Zn co-doped Mg-ferrite nano-structures and a systematic study of structural, optical and magnetic properties. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 2022;553:169245. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2022.169245>
10. Wu JC-S, Chen C-H. A visible-light response vanadium-doped titania nanocatalyst by sol-gel method. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 2004;163(3):509–515. <https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2004.02.007>
11. Farahmandjou M, Zarinkamar M. Synthesis of nano-sized ceria (CeO_2) particles via a cerium hydroxy carbonate precursor and the effect of reaction temperature on particle morphology. *Journal of Ultrafine Grained and Nanostructured Materials*

- 2015;48(1):5–10.
12. Zuo F, Meng F, Lin D-T, Yu J-J, Wang H-J, Xu S, et al. Influence of whisker-aspect-ratio on densification, microstructure and mechanical properties of Al_2O_3 whiskers-reinforced CeO_2 -stabilized ZrO_2 composites. *Journal of the European Ceramic Society* 2018;38(4):1796–1801. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2017.11.037>
 13. Abbasi Z, Haghighi M, Fatehifar E, Saedy S. Synthesis and physicochemical characterizations of nanostructured $\text{Pt}/\text{Al}_2\text{O}_3\text{--CeO}_2$ catalysts for total oxidation of VOCs. *Journal of Hazardous Materials* 2011;186(2–3):1445–1454. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2010.12.034>
 14. Pitkäaho S, Nevanperä T, Matejova L, Ojala S, Keiski RL. Oxidation of dichloromethane over Pt, Pd, Rh, and V_2O_5 catalysts supported on Al_2O_3 , $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--TiO}_2$ and $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--CeO}_2$. *Applied Catalysis B: Environmental* 2013;138:33–42. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2013.01.058>
 15. Cao X, Qin J, Gou G, Li J, Wu W, Luo S, et al. Continuous solvent-free synthesis of imines over uip- $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{--CeO}_2$ catalyst in a fixed bed reactor. *Applied Catalysis B: Environmental* 2020;272:118958. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2020.118958>
 16. Li F, Zhao B, Tan Y, Chen W, Tian M. Preparation of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--CeO}_2$ by Hydrothermal Method Supporting Copper Oxide for the Catalytic Oxidation of CO and C_3H_8 . *Industrial & Engineering Chemistry Research* 2022;61(14):4739–4751. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.1c03906>
 17. Janani FZ, Khair H, Taoufik N, Elhalil A, Sadiq M, Puga A V, et al. $\text{ZnO--Al}_2\text{O}_3\text{--CeO}_2\text{--Ce}_2\text{O}_3$ mixed metal oxides as a promising photocatalyst for methyl orange photocatalytic degradation. *Materials Today Chemistry* 2021;21:100495. <https://doi.org/10.1016/j.mtchem.2021.100495>
 18. Hassanzadeh-Tabrizi SA, Taheri-Nassaj E. The compaction, sintering, and mechanical properties of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--CeO}_2$ composite nanopowders. *Journal of the American Ceramic Society* 2011;94(10):3488–3493. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2011.04638.x>
 19. Wu C, Wang Z, Li Q, Shi G, Liu M, Li Y. Mechanical properties and microstructure evolution of $\text{Ti}/\text{Al}_2\text{O}_3$ cermet composite with CeO_2 addition. *Journal of Alloys and Compounds* 2014;617:729–733. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.08.007>
 20. Yu W, Zhang E, Yu Y, Li X, Liu X, Yuan Y, et al. Effects of CeO_2 on the phase, microstructure and mechanical properties of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2$ (CeO_2) nanocomposite ceramics (AZC-NCs) by solid solution precipitation. *Ceramics International* 2022;48(23):34454–34464. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.08.025>
 21. Fatimah S, Ragadhita R, Al Husaeni DF, Nandiyanto ABD. How to calculate crystallite size from x-ray diffraction (XRD) using Scherrer method. *ASEAN Journal of Science and Engineering* 2022;2(1):65–76.
 22. Cheng Q, Wang Y, Zhang J, Conejo AN, Liu Z. The grain growth and grain boundary migrations during solid-phase sintering of Fe_2O_3 : Experiments and simulations. *Chemical Engineering Science* 2022;262:118038. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2022.118038>
 23. Kim D-S, Lee J-H, Sung RJ, Kim SW, Kim HS, Park JS. Improvement of translucency in Al_2O_3 ceramics by two-step sintering technique. *Journal of the European Ceramic Society* 2007;27(13–15):3629–3632. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2007.02.002>
 24. Du R, Fu L, Gu H, Huang A, Yang S, Chen D. Effect of zirconia sol on the microstructure and properties of Al_2O_3 -based ceramic fabricated from natural bauxite. *Ceramics International* 2022;48(9):12954–12961. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.01.168>
 25. Cunha A, Marques A, Gasik M, Trindade B. Influence of temperature processing on the microstructure and hardness of the 420 stainless steel produced by hot pressing. *Materials and Manufacturing Processes* 2023;38(3):333–340. <https://doi.org/10.1080/10426914.2022.2072885>
 26. Ahmed M, Obeidi MA, Yin S, Lupoi R. Influence of processing parameters on density, surface morphologies and hardness of as-built Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr alloy manufactured by selective laser melting. *Journal of Alloys and Compounds* 2022;910:164760. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.164760>