تاثیر افزودنی نانو اکسید منیزیم بر خواص مکانیکی نانو کامپوزیت آلومینا و کاربیدسیلیکون فرآوری شده با روش آلیاژسازی مکانیکی

محمد رضاواعظی*[۱]، نازیلا اشرفی[۲]،علی نعمتی[۲]،سعید باغشاهی[۲]،امیر حسنجانی روشن[۱]

[۱] *پژوهشگاه مواد انرژی، پژوهشکده فناوری نانو و مواد پیشرفته، کرج، ایران.*

[۲] *دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم تحقیقات، تهران، ایران.*

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۲/۱۱/۷، **تاریخ دریافت نسخهٔ اصلاح‌شده**: ۱۳۹۴/۱۲/۹، **تاریخ پذیرش قطعی**: ۱۳۹۵/۲/۲۶

چکیده هدف از انجام این پژوهش، فرآوری نانوکامپوزیتی برپایه آلومینا و کاربید سیلیکون است که به دلیل خواص ویژه و کاربردهای گسترده این نوع از نانوکامپوزیت‌ها در صنایع مختلف توجه زیادی را به خود جلب کرده‌اند. در این مقاله، رفتار مکانیکی نانوکامپوزیت Al_2O_3,۴/۱%wt SiC با روش سینتر بدون اعمال فشار با افزودن یک درصد وزنی نانو MgO مورد مطالعه قرار گرفته است. از نانو پودرهای α- Al_2O_3، β-SiC و MgO به عنوان مواد اولیه در این تحقیق استفاده گردید. در ابتدا مقدار مشخصی از نانو پودرهای SiC- Al_2O_3 برای نمونه اول و MgO-SiC-Al_2O_3 برای نمونه دوم با نسبت گلوله به پودر ۲۰ به ۱ توسط آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای با سرعت ۲۵۰rpm به مدت ۴ ساعت مخلوط کرده و پودر حاصل در دمای ۶۰۰°C به مدت ۲ ساعت کلسینه گردید. برای بررسی ساختاری نانوکامپوزیت‌های حاصل از آنالیز طیف‌سنجی اشعه ایکس (XRD) و برای بررسی مورفولوژی و اندازه ذرات این نانوکامپوزیت از میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) استفاده شد که نتایج نشان داد نانو کامپوزیت حاصل دارای اندازه ذرات کمتر از ۱۰۰ نانومتر و مطابق با ساختار نانو پودرهای اولیه بود. از مخلوط پودرهای حاصل، قرص‌های خام اولیه با روش پرس تک محوره در فشار ۱۰۰Mpa و سپس پرس ایزواستاتیک سرد در فشار ۱۵۰Mpa آماده شد و سپس قرص‌ها در بوته گرافیتی جاسازی و در دمای ۱۶۰۰°C و ۱۶۳۰ °C به مدت ۲ ساعت در کوره سینتر گردید. قرص‌های به دست آمده جهت بررسی تاثیر نانوپودر MgO برخواص مکانیکی نانو کامپوزیت SiC –Al_2O_3 مورد آزمایش چگالی سنجی و سختی سنجی قرار گرفت. چگالی به دست آمده از نمونه اول و دوم در دمای ۱۶۰۰° C به ترتیب ۹۳/۷ و ۹۵/۱ گرم بر سانتی‌متر مکعب و در دمای ۱۶۵۰°C به ترتیب ۹۴/۲ و ۹۶ گرم بر سانتی‌مترمکعب می‌باشد. با انجام آزمایش سختی ویکرز بر روی نمونه‌های اول و دوم در دمای ۱۶۰۰° C به ترتیب ۱۷/۸۷ و ۲۰/۰۷ گیگا پاسگال و در دمای ۱۶۵۰°C به ترتیب ۱۵/۴۴ و ۱۹/۷۹ گیگا پاسگال به دست آمد.

کلمات کلیدی: نانو کامپوزیت، خواص مکانیکی، سختی‌سنجی، سینتر.

Effect of addition of nano Magnesuim oxide on the mechanical properties of Alumina/ Silicon Carbides nano composites synthesized by mechanical alloying

Mohammad Reza Vaezi[1*] ، Nazila Ashrafi [2] ، Ali Nemati[2] ، Said Baghshahi[2] ، Amir Hassanjani Roshan[1]

[1]*Materials and Energy Research Center, Division Of Advance Materials and Nanotechnology, Karaj,Iran.*

[2]*Islamic Azad University, Science and Research Branch, Tehran, Iran.*

Abstract The purpose of this study, Alumina and Silicon carbide-based nano-composite processing is due to the special properties and wide applications of these nano-composites have attracted much attention in various industries. In this paper, the mechanical properties of Al_2O_3 -4.1% wt SiC nanocomposites sintered without pressure by adding a weight percent of nano-MgO has been studied .Nano powders of α-Al_2O_3,β-SiC and MgO were used as starting materials in this study .At First, a certain amount of nano-powders Al_2O_3 - SiC for the first sample and Al_2O_3 - SiC-MgO for a second sample to powder ratio of 20 to 1 by a planetary ball mill for 4 h speed 250 RPM mixture and the resulting powder Mesh 150 Mu passes and was calcined at 600 C °. The effect of MgO nano powder obtained samples for mechanical properties of nano-composites, Al_2O_3 - SiC were tested for hardness.

Keywords: nano composite, mechanical properties, hardness, sintering.

*عهده دار مکاتبات

نشانی: کرج، مشکین دشت، بلوار امام خمینی، پژوهشگاه مواد و انرژی، **تلفن:** ۰۲۶۳۶۲۸۰۰۴۰، **دورنگار:**۰۲۶۳۶۲۰۱۸۸۸، **پیام نگار:**vaezi9016@yahoo.com

۱– مقدمه

کامپوزیت‌های سرامیکی نماینده آخرین یافته‌ها در حوزه سرامیک‌ها، همچنین نماینده مجموعه‌ای از مشکلات پیچیده و کاربردهای بسیار هستند. تلاش‌هایی که در زمینه کامپوزیت‌ها انجام گرفته ثابت کرده است که ترکیب منحصر به فردی از خواص مکانیکی، شیمیایی و الکترونیکی در آنها وجود دارد و می‌توانند در قالب‌ها و ابزارها، ایمپلنت‌های پزشکی، موتورهای حمل و نقل، نازل موشک‌ها و مبدل‌های حرارتی به کار گرفته شوند [۱].

در حال حاضر کاربردهای متنوعی برای نانوکامپوزیت‌های آلومینا و کاربید سیلیکون وجود دارد این کاربردها به دلیل خواص مکانیکی این نانوکامپوزیت‌ها در مقایسه با سرامیک‌های یکپارچه است [۲].

پژوهشگران و محققان کشف کرده‌اند ذرات فاز ثانویه از جمله مواد SiC، MgO، ZrO_2، Cr_2O_3 نقش موثری در تقویت کامپوزیت‌های زمینه آلومینایی دارد. SiC به دلیل مدول الاستیک بالا، مقاومت به اکسیداسیون، مقاومت به خوردگی، تحمل دمای بالا در میان تقویت کننده‌های مختلف یکی از مهمترین آنها برای کامپوزیت‌های زمینه آلومینایی می‌باشد [۴و۳]. افزودن حجم کوچکی (۵–۱۰٪ حجمی) از تقویت کننده‌های با اندازه نانومتری SiC موجب افزایش قابل ملاحظه‌ای در خواص مکانیکی این نانو کامپوزیت‌ها می‌شود [۶و۵].

از سوی دیگر سرامیک‌های کامپوزیتی در مقایسه با سرامیک‌های یکپارچه به دمای سینترینگ بالاتری نیاز دارند. علاوه براین به اعمال یک فشار خارجی جهت متراکم شدن و رسیدن به دانسیته بالاتر نیاز دارند. در بسیاری مقالات جهت تولید نانوکامپوزیت آلومینا و کاربید سیلیکون با استفاده از روش پرس گرم گزارش شده است، اما این روش به دلیل گرانی و محدودیت در شکل تولید محصول نامناسب است [۷]. سینتر بدون اعمال فشار روش جایگزینی مناسب جهت تولید این نانوکامپوزیت‌ها است اما به دلیل فقدان فشار در این روش جهت رسیدن به خواص مکانیکی مناسب دمای سینتر بالایی مورد نیاز است که با افزودن مقدار اندک از اکسیدهای فلزی دمای سینتر جهت ساخت نانوکامپوزیت آلومینا و سیلیکون کارباید کاهش می‌یابد [۹و۸]. در پژوهش اخیر فرآیند ساخت نانوکامپوزیت Al_2O_3,۴/۱%wt SiC به روش زینترینگ بدون اعمال فشار گزارش شده و سختی نمونه‌های حاصل از ساخت با افزودن ۱%wtMgO در دو دمای ۱۶۰۰و ۱۶۵۰ درجه سانتی‌گراد مورد بررسی قرار گرفته است.

جدول ۱. مشخصات نمونه a , b.

نمونه	A	b
مقدار α–Al_2O_3 برحسب درصد وزنی	۹۵/۹	۹۴/۹
مقدار β–SiC برحسب درصد وزنی	¼	۴/۱
مقدار MgO برحسب در صد وزنی	–	۱

۲– روش تحقیق:

۲–۱– مواد اولیه:

دراین پژوهش نانوپودرهای β–SiC،α–Al_2O_3 و MgO به عنوان مواد اولیه انتخاب گردید. در ابتدا مقدار مشخصی از نانو پودر α–Al_2O_3 به همراه ۴/۱%wtSiC برای نمونه اول a(Al_2O_3/SiC) و مقداری ازنانو پودر α–Al_2O_3 به همراه
۴/۱%wt SiC با افزودن ۱%wtMgO برای نمونه دوم b(Al_2O_3/SiC/MgO) انتخاب شدند. در جدول (۱) مشخصات نمونه‌ها ارائه شده است.

۲–۲– آماده سازی و اختلاط پودرها:

به منظور انجام عملیات از محفظه فولادی مقاوم به سایش و گلوله‌های آلومینایی استفاده شد. در تمام طول آزمایش اتمسفر هوا، سرعت چرخشی ۲۵۰ rpm و نسبت گلوله به پودر (BPR) ۲۰ به ۱ اعمال گردید.

مدت زمان لازم جهت آسیاب ۴ ساعت در نظر گرفته شد و به منظور جلوگیری از بالا رفتن درجه حرارت در فرآیند آسیاب کاری پس از هر ۲ ساعت دستگاه به مدت ۳۰ دقیقه متوقف شد. سپس در مرحله بعدی پودرهای حاصل در دمای ۶۰۰°C کلسینه شدند.

۲–۳– پرس کردن و آماده سازی نمونه‌ها:

در ابتدا قبل از پرس به پودرهای حاصل از آماده سازی ۲٪ PVA افزوده و با تمام ذرات آغشته گردید. در این مرحله پودرهای مورد نظر در قالب به وسیله دستگاه پرس تک محوره تحت اعمال فشار ۵۰-۲۵۰MPa قرار گرفته سپس نمونه‌ها توسط دستگاه ایزواستاتیک سرد در فشار ۱۵۰MPa مجددا پرس شدند.

۲-۴- عملیات سینتر:

نمونه‌های پرس شده در کوره مورد نظر در دو دمای ۱۶۰۰ °C و ۱۶۵۰ °C با سرعت حرارت دهی ۱۰°C/min و ۲ ساعت ماندگاری تحت عملیات حرارتی و سینتر قرار گرفتند.

۲-۵- بررسی ریزساختار و خواص مکانیکی:

بررسی تغییرات ساختاری و مطالعه فازها از طریق روش تفرق سنجی اشعه ایکس (XRD) انجام گردید. برای آنالیز از دستگاه XRD ساخت UNISANTIS و مدل XDM۳۰۰ با پرتو Cukα (λ=۱/۵۴۰۵۶۰A) استفاده شد.

نرخ معادل ۱ درجه بر دقیقه، ولتاژ اعمالی برابر ۴۵ کیلووات و جریان معادل ۱ میلی‌آمپر بود و زاویه پراش (۲Θ) از ۱۰ تا ۹۰ درجه انتخاب گردید.

پس از حصول الگوی پراش پرتوی ایکس، فازها و اجزای سازنده ماده حاصل از آسیاب کاری با استفاده از نرم افزار X Pert High Score و از طریق مقایسه پیک‌های پراش با اطلاعات موجود در استاندارد و سایر منابع مشخص و تعیین گردید.

همچنین از میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) - (فیلیپس- EM ۲۰۸) به منظور مطالعه و بررسی مورفولوژی و اندازه ذرات محصول استفاده شد و جهت بررسی مشخصات ابعادی و ظاهری نمونه‌ها از فرآیند شکستن ذرات آگلومره شده توسط دستگاه التراسونیک بهره‌برداری گردید. به همین منظور در این پژوهش در مرحله آماده سازی نمونه‌های TEM در دستگاه از Sonicator استفاده شد.

سختی نمونه‌ها توسط دستگاه میکروسختی سنجی ویکرز پژوهشگاه مواد انرژی کرج با مدل MVK-H۲۱ اندازه‌گیری شد. قبل از سختی‌سنجی در ابتدا نمونه مانت، پولیش و کاملا صیقلی گردید سپس بار F= ۱۰۰gf و به مدت زمان t= ۱۵s روی سطح پولیش شده اعمال و سختی براساس (رابطه ۱) محاسبه شد.

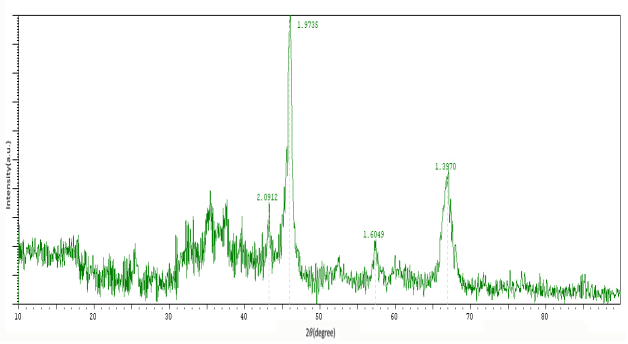
$$HV = \frac{1.854P}{d^2} \quad \text{(معادله ۱)}$$

در این رابطه P نیروی اعمالی بر حسب نیوتن، d میانگین دو قطر اثر بر حسب میلی متر، HV سختی بر حسب گیگا پاسکال است.

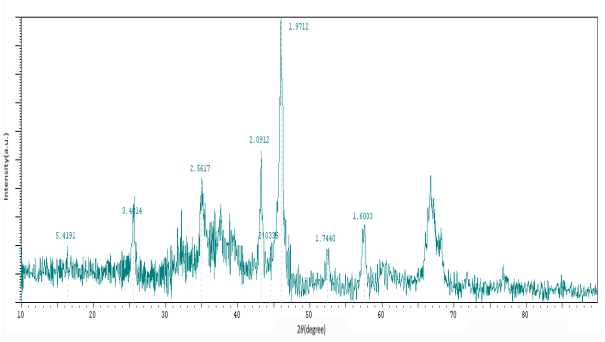
۳- نتایج و بحث:

۳-۱- بررسی فازهای کریستالی با استفاده از طیف سنجی پراش اشعه ایکس XRD:

الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌های a و b در شکل‌های (۱) و (۲) نشان داده شده است.



شکل ۱ .الگوی پراش پرتو اشعه ایکس از نمونه a



شکل ۲ .الگوی پراش پرتو اشعه ایکس از نمونه b.

در جداول (۲) و (۳) مقایسه نتایج از الگوهای تفرق برای نمونه‌ها به همراه پیک‌های مربوطه مشاهده می‌شود.

آنچه مشخص شده در هیچ پیک ناخالصی وجود ندارد و پیک‌های تفرق از پودرهای سنتز شده (نمونه a و b) در این پژوهش مطابقت با مدل تفرق استاندارد دارد. به طور کلی هرچه پهنای پیک بیشتر باشد، بدان معنا می‌باشد که متوسط اندازه ذرات کمتری حاصل شده است.

جدول۲ . نتایج الگوی XRD به دست آمده از نمونه a .

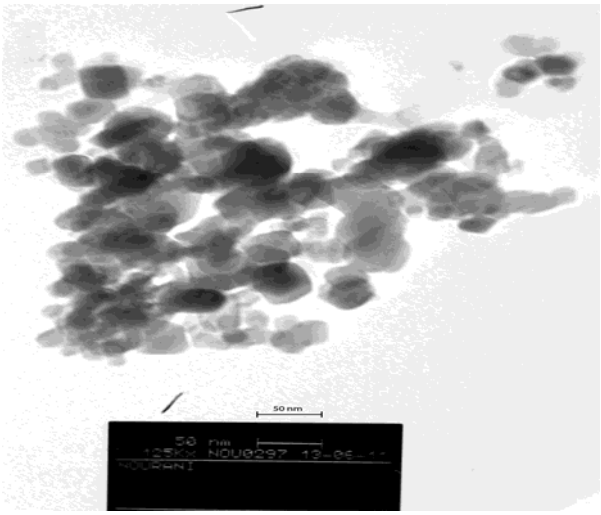
ردیف	زاویه(2θ) درجه	پیک	شماره صفحه
۱	۲۶	Al_2O_3	(۰ ۱ ۲)
۲	۳۵	SiC	(۱ ۱ ۱)
۳	۴۳	SiC	(۲ ۰ ۰)
۴		Al_2O_3	(۱ ۱ ۳)
۵	۴۶	Al_2O_3	(۱ ۱ ۳)
۶	۵۲/۵	Al_2O_3	(۰ ۲ ۴)
۷	۵۷/۵	Al_2O_3	(۱ ۱ ۶)
۸	۶۷	Al_2O_3	(۲ ۱ ۴)

جدول۳ . نتایج الگوی XRD به دست آمده از نمونه b .

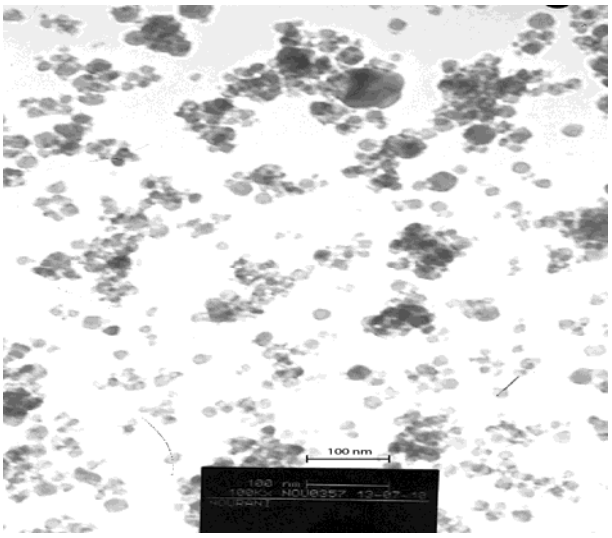
ردیف	زاویه(2θ) درجه	پیک	شماره صفحه
۱	۲۶	Al_2O_3	(۰ ۱ ۲)
۲	۳۵	SiC	(۱ ۱ ۱)
۳	۴۳	SiC	(۲ ۰ ۰)
۴		Al_2O_3	(۱ ۱ ۳)
۵	۴۴/۵	MgO	(۲ ۰ ۰)
۶	۴۶	Al_2O_3	(۱ ۱ ۳)
۷	۵۲/۵	Al_2O_3	(۰ ۲ ۴)
۸	۵۷/۵	Al_2O_3	(۱ ۱ ۶)
۹	۶۷	Al_2O_3	(۲ ۱ ۴)

۳–۲– بررسی ریزساختار با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری

شماتیکی از فرایند ارزیابی مشخصات ظاهری محصول و مشاهدات میکروسکوپی در شکل‌های (۳) و (۴) ارایه شده است. بر طبق مشاهدات میکروسکوپ الکترونی عبوری ملاحظه می‌شود که اندازه ذرات تولید شده درمحدوده (<۱۰۰nm) بوده و همچنین مورفولوژی ذرات به صورت کروی و شبه کروی می‌باشد. در نمونه b حضور مقدار اندکی افزودنی MgO اندازه دانه‌های Al_2O_3 را با ممانعت از رشد افراطی دانه‌ها کنترل می‌کند [۱۰]. به طور کلی در شکل (۴) میکروساختار بهتر از نظر توزیع اندازه دانه و متوسط اندازه دانه‌ها مشاهده شده است.



شکل ۳. تصویر TEM از نمونه a.



شکل ۴. تصویر TEM از نمونه b.

۳–۳– سختی سنجی

افزودن مقدار اندکی MgO در دماهای ۱۶۰۰°C و ۱۶۵۰° C درافزایش سختی نقش قابل توجهی دارد [۱۰] در جدول (۴)، مشخصات نمونه‌ها، سختی و دمای سینترینگ مشاهده می‌شود.

افزودن1%wt MgO در دو دمای ۱۶۰۰° C و ۱۶۵۰° C سبب کاهش دمای سینتر می‌شود و سختی نمونه b در دو دما به صورت قابل توجهی افزایش یافته است. نمونه a و b در

دمای ۱۶۰۰°C سختی بیشتری از خود نشان داد و بیشترین سختی مربوط به نمونه b در دمای ۱۶۰۰° C بود.

جدول۴ . سختی و دانسیته نمونه‌های نانو کامپوزیتی سنتر شده.

شماره	نمونه	MgO (درصد وزن)	دمای سینترنگ (°C)	دانسیته نسبی (gr/cm^3)	سختی (VH)
۱	a (Al_2O_3/SiC)	----	۱۶۰۰	۹۳/۷	۱۷/۸۷
	a (Al_2O_3/SiC)	----	۱۶۵۰	۹۴/۲	۱۵/۴۴
۲	b(Al_2O_3/SiC/ MgO)	۱	۱۶۰۰	۹۵/۱	۲۰/۰۷
	b(Al_2O_3/SiC/ MgO)	۱	۱۶۵۰	۹۶	۱۹/۷

۴- نتیجه‌گیری

نانوکامپوزیت‌های Al_2O_3 -۴/۱ %wt SiC با استفاده از نانوپودرهای حاصل از آسیاب کاری مکانیکی به روش سینتر بدون اعمال فشار و با استفاده از افزودنی MgO در دو دمای۱۶۰۰°C و ۱۶۵۰° C تهیه شدند.

بررسی مشخصات مورفولوژیک پودرهای کامپوزیتی حاصل با استفاده از مشاهدات میکروسکوپی نشان می‌دهد که مورفولوژی ذرات به صورت کروی و شبه کروی و اندازه ذرات در محدوده کوچکتر از۱۰۰ نانومتر بوده و یک مخلوط یکنواخت از مواد اولیه شکل گرفته است.

حضور مقدار اندک افزودنی MgO تاثیر بهتری روی میکروساختار از نظر توزیع اندازه دانه و متوسط اندازه دانه داشته است. این پودرها می‌توانند به عنوان پودر آغاز کننده برای ساخت بالک به کار روند.

MgO سبب بهبود سختی در نمونه‌ها شد. بیشترین سختی در نمونه‌ای مشاهده گردید که دارای ۱%wtMgO می‌باشد و در دمای ۱۶۰۰ °C سینتر شده است.

مراجع

1. Rahaman, M.N, 2004 "Ceramic Processing and Sintering", Marcel Dekke Institute, Second Edition, New York, USA, pp.209-324.
2. Y.J. Lin, C.P. Tsang, The effect of starting precursors on the carbothermal synthesis of SiC powders, Ceram. Int. 29 (2003) 69–75.
3. G. Magnani, A. Brillante, Effect of the composition and sintering process on mechanical properties and residual stresses in zirconia–alumina composites, J. Eur. Ceram. Soc. 25 (15) (2005) 3383–3392.
4. S. Taktak, M.S. Baspinar, Wear and friction behavior of alumina/mullite composite by sol–gel infiltration technique, Mater. Des. 26 (5) (2005)459–464.
5. K. Niihara, New design concept of structural ceramics–ceramic nanocomposites,J. Ceram. Soc. Jpn. 99 (10) (1991) 974–982.
6. M. Sternitzke, Review: structural ceramic nanocomposites, J. Eur. Ceram.Soc. 17 (1997) 1061–1082.
7. J. Perez-Rigueiro, J.Y. Pastor, J. Llorca, M. Elices, P. Miranzo, J.S. Moya, Revisiting the mechanical behavior of alumina/silicon carbide nanocomposites, Acta Mater. 46 (15) (1998) 5399–5411.
8. R.L. Coble, Sintering crystalline solids. II. Experimental test of diffusion models in powder compacts, J. Appl. Phys. 32 (5) (1961) 793–799.
9. S.O. Bae, S. Baik, Critical concentration of MgO for the prevention of abnormal grain growth in alumina, J. Am. Ceram. Soc. 77 (10) (1994) 2499–2504
10. Takigawa, Y., Ikuhara, Y., Sakuma, T., 1999, "Grain Boundary Bonding State and Fracture Energy in Small Amount of Oxide-Doped Fine-Grained Al_2O_3" , Journal of Material Science, 34, pp. 1991_1997.