

مقاله  
کامل پژوهشی

## فصلنامه مواد و فناوریهای پیشرفته

Journal Homepage: www.jamt.ir



# ساخت قطعات نانوکامپوزیت آلومینا-کاربید بور از طریق آسیای مکانیکی، سنتز خوداحتراقی بعدی دما-بالا و پرس گرم نهایی

مریم وعیدی، امین ربیعیزاده\*

گروه مهندسی مواد، واحد شیراز، دانشگاه آزاد اسلامی، شیراز، فارس، ایران

تاریخچه مقاله:

ثبت اولیه: ۱۳۹۹/۰۳/۲۷  
دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۹/۰۴/۲۱  
پذیرش قطعی: ۱۳۹۹/۱۲/۰۵

کلیدواژه‌ها:

نانوکامپوزیت،  
آلومینا-کاربید بور،  
آلیاژسازی مکانیکی،  
سنتز خوداحتراقی،  
پرس گرم

**چکیده** در این پژوهش، خواص قطعات تولید شده از نانوکامپوزیت  $Al_2O_3-B_4C$  مورد بررسی قرار گرفت. پودر نانوکامپوزیت  $Al_2O_3-B_4C$  از پودرهای آلومینیوم، اکسید بور و کربن، از طریق آلیاژسازی مکانیکی و سپس سنتز خوداحتراقی دما-بالا، سنتز شد. برای تولید قطعات، پودر نانوکامپوزیت تولیدی، به روش پرس گرم، در دماهای ۱۴۰۰، ۱۵۰۰ و ۱۶۰۰ درجه سلسیوس، تفجوشی شد. مشخصه‌یابی نمونه‌های پودری و قطعات تولید شده، با استفاده از پراش‌سنجی پرتو ایکس و میکروسکوپ الکترونی روبشی، انجام شد. نتایج پراش‌سنجی پرتو ایکس، نشان داد که حین فرایند مکانیکی-شیمیایی، هیچ‌گونه تغییر فازی، رخ نمی‌دهد، بلکه کاهش اندازه ذرات پودرها و اختلاط مناسب آنها، سبب ترغیب فرایند سنتز خوداحتراقی و ایجاد محصول می‌شود. بهترین نتایج، برای قطعه تفجوشی شده در دمای ۱۵۰۰ °C، با سختی ۱۹/۶ GPa، چگالی نسبی ۹۹/۴٪ و چقرمگی شکست  $6.7 \text{ MPa.m}^{1/2}$  بدست آمد. همچنین، با افزایش دمای تفجوشی به ۱۶۰۰ °C و افزایش چگالی، سختی قطعه، به دلیل رشد دانه‌ها، کاهش می‌یابد.

<https://doi.org/10.30501/jamt.2020.235445.1096>

URL: [http://www.jamt.ir/article\\_124685.html](http://www.jamt.ir/article_124685.html)

JAMT: Vol. 9, No. 4, (Winter 2021), 1-11

## Fabrication of $Al_2O_3-B_4C$ Nanocomposite via Ball Milling, Subsequent Self-Propagation High-Temperature Synthesis, and Final Hot Pressing

Maryam Vaeedi, Amin Rabieezadeh\*

Department of Materials Engineering, Shiraz Branch, Islamic Azad University, Shiraz, Fars, Iran

### Paper History:

Received: 2020-06-16  
Revised in revised form: 2020-07-11  
Accepted: 2021-01-24

### Keywords:

Nano-Composite,  
Alumina-Boron Carbide,  
Mechanical Alloying,  
Self-Propagation High-Temperature  
Synthesis (SHS),  
Hot Press

**Abstract** In this study, the properties of  $Al_2O_3-B_4C$  synthesized nanocomposite components were investigated. The  $Al_2O_3-B_4C$  nanocomposite powder was synthesized from aluminum, boron oxide, and graphite powders via mechanical alloying route, followed by self-propagation high-temperature synthesis (SHS). In order to produce bulk parts, the nanocomposite powder was sintered by hot pressing at 1400, 1500, and 1600 °C. Characterization of powder samples and bulk parts was performed using X-ray diffraction and scanning electron microscopy. The results of the X-ray diffraction analysis showed that no phase change occurs in the mechanochemical process, instead, the reduction of particle size and proper mixing of the powders encourages the SHS process and product formation. The best results were obtained to the bulk part that sintered at a temperature of 1500 °C with a hardness of 19.6 GPa, 99.4 % relative density, and 6.7  $\text{MPa.m}^{1/2}$  toughness. Also, as the sintering temperature rises to 1600 °C and the density increases, the hardness of the part decreases due to grain growth.

<https://doi.org/10.30501/jamt.2020.235445.1096>

URL: [http://www.jamt.ir/article\\_124685.html](http://www.jamt.ir/article_124685.html)

\*عهده دار مکاتبات

نشانی: ایران، فارس، شیراز، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد شیراز، گروه مهندسی مواد، تلفن: ۰۷۱-۳۶۱۹۱۶۳۲-۰۷۱، دورنگار: ۰۷۱-۳۶۱۹۱۳۰۹

پیام نگار: irabieezadeh@iaushiraz.ac.ir

Please cite this article as: Vaeedi, M., Rabieezadeh, A., "Fabrication of  $Al_2O_3-B_4C$  nanocomposite via ball milling, subsequent self-propagation high-temperature synthesis, and final hot pressing", *Journal of Advanced Materials and Technologies (JAMT)*, Vol. 9, No. 4, (2021), 1-11. (<https://doi.org/10.30501/jamt.2020.235445.1096>).



## ۱- مقدمه

طی سال‌های اخیر، تقاضای روزافزونی برای مواد با کارایی بالا، به‌منظور استفاده در طیف وسیعی از برنامه‌های کاربردی، مانند صنایع هوا-فضا، نظامی و پزشکی، به‌وجود آمده است. مواد سرامیکی، دارای مجموعه‌ای از خواص کاربردی، مانند استحکام و سختی زیاد در دماهای بسیار بالا، چگالی کم و غیره هستند؛ اما برخی نقص‌های سطحی یا داخلی، باعث ضعف این مواد می‌شود، به‌طوری که مستعد شکست‌های فاجعه بار می‌شوند. حساسیت این مواد، به شوک حرارتی، بسیار است و در حین ساخت و یا کاربری، به‌آسانی آسیب دیده و دچار تخریب می‌شوند. کامپوزیت‌های سرامیک-سرامیک، به‌عنوان موادی با خواص فیزیکی و مکانیکی مناسب هستند که در آنها، ماده فاز دوم، درون زمینه سرامیکی، قرار گرفته است. مواد، در این کامپوزیت‌ها، بسته به ماهیت فاز تقویت‌کننده و بسته به ویژگی‌های سرامیک‌ها و خواص آنها، با هم، ترکیب می‌شوند [۱ و ۲]. کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی، به‌وسیله روش‌های تولید پودر که برای ساخت سرامیک‌های چند بلوری استفاده می‌شود یا برخی از روش‌های جدید که به‌طور ویژه برای ساخت کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی طراحی شده است، فرآوری می‌شوند. برخی از روش‌های مهم در فرآوری کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی، عبارتند از: سنتز خوداحتراقی دما بالا<sup>۱</sup> [۳]، تف‌جوشی بدون فشار<sup>۲</sup> [۴-۶]، سل-ژل<sup>۳</sup> [۷ و ۸]، تف‌جوشی پلاسما جرقه‌ای<sup>۴</sup> [۹ و ۱۰]، پرس گرم<sup>۵</sup> [۱۱]، پرس همه جانبه گرم<sup>۶</sup> [۱۲ و ۱۳]، پرس همه جانبه سرد<sup>۷</sup> [۱۴ و ۱۵] و غیره.

پژوهش‌های گسترده‌ای درباره سنتز این نانوکامپوزیت‌ها در راستای حصول خواص مناسب برای کاربردهای صنعتی، صورت گرفته است. این نانوکامپوزیت‌ها می‌توانند به دو دسته طبقه بندی شوند:

۱. نانوکامپوزیت‌هایی که با پراکندگی نانوذرات در زمینه‌ای با اندازه ذرات میکرومتری تشکیل می‌شوند.

۲. نانوکامپوزیت‌هایی که اندازه ذرات زمینه نیز در مقیاس نانو است [۱۶].

آلومینا یا اکسید آلومینیوم ( $Al_2O_3$ )، یکی از مواد سرامیکی مهم است که کاربردهای متنوعی در زمینه‌های مختلف دارد. در میان خواص مختلف و برجسته آلومینا، می‌توان به استحکام فشاری بالا، سختی بالا، دیرگدازی بالا و عایق خوب جریان الکتریکی، اشاره کرد. سختی بالای آلومینا، موجب مقاومت به سایش می‌شود. از این‌رو، از آن، در موارد مختلفی مانند پوشش‌های مقاوم به فرسایش لوله‌ها و مجراها، پمپ‌ها و شیرآلات، غلاف‌های هدایت‌کننده الیاف، سیم‌ها و غیره، استفاده می‌شود. آلومینا، به دلیل سختی زیاد در درجه حرارت بالا، به‌عنوان نوک ابزار برش فلزات، مورد استفاده قرار می‌گیرد. با این حال، چقرمگی شکست کم، کاربرد آن را به‌عنوان جزء ساختار، محدود می‌کند [۱۷ و ۱۸].

کاربرد بور، متعلق به گروه مواد سخت غیرفلزی است و پس از الماس و نیتريد بور مکعبی، سخت‌ترین ماده است. کاربرد بور، در بین کاربردهای نسوز، بعد از تنگستن، تیتانیوم و سیلیکون، از اهمیت ویژه‌ای برخوردار بوده و به‌عنوان یک ماده راهبردی، به‌علت سختی بالا، چگالی پایین، سطح مقطع بالا، برای جذب نوترون، پایداری شیمیایی و... بکار برده می‌شود [۱۹].

کامپوزیت آلومینای تقویت شده با کاربرد بور ( $Al_2O_3-B_4C$ ) در مقایسه با آلومینا، در صورتی‌که ذرات کاربرد بور موجود در پودر کامپوزیت، دارای اندازه ذرات کوچکی باشند و به‌طور یکنواختی در زمینه آلومینا پراکنده شوند، از خواص مکانیکی بهتری، به‌لحاظ افزایش استحکام و چقرمگی شکست، برخوردار است. این ویژگی ریزساختاری، برای بهبود مقاومت در برابر اکسایش و شوک حرارتی، بسیار مناسب خواهد بود [۱۴ و ۲۰].

در (جدول ۱)، خلاصه‌ای از تحقیقات به‌عمل آمده در زمینه کامپوزیت  $Al_2O_3-B_4C$ ، توسط پژوهشگران مختلف، به اختصار ارائه شده است.

در این پژوهش، خواص قطعات تولید شده از نانوکامپوزیت  $Al_2O_3-B_4C$ ، مورد بررسی قرار گرفت. برای این منظور، ابتدا پودر نانوکامپوزیت  $Al_2O_3-B_4C$ ، با استفاده از

<sup>1</sup> Self-Propagation High-Temperature Synthesis (SHS)

<sup>2</sup> Pressureless Sintering (PS)

<sup>3</sup> Sol-Gel

<sup>4</sup> Spark Plasma Sintering (SPS)

<sup>5</sup> Hot Press (HP)

<sup>6</sup> Hot Isostatic Pressing (HIP)

<sup>7</sup> Cold Isostatic Pressing (CIP)

فعال‌سازی اولیه مکانیکی-شیمیایی و سنتز خوداحتراقی، تولید قطعه‌های تولید شده، توسط بررسی‌های میکروسکوپی شد. الکترونی روبشی، پراش‌سنجی پرتو ایکس، چگالی‌سنجی و سختی‌سنجی، ارزیابی شد. پودر بدست آمده، با استفاده از روش پرس گرم، در دماهای مختلف، به قطعه تبدیل شد. خواص مکانیکی

جدول ۱. خلاصه‌ای از پژوهش‌های پیشین در زمینه سنتز ماده مرکب آلومینا-کاربید بور

نویسنده	ماده	نوع	روش تولید	توضیحات	سال	مرجع
جونگ و همکارانش	$Al_2O_3-B_4C$	قطعه	تف‌جوشی بدون فشار	اثر درصد $B_4C$ بر میزان تراکم‌پذیری کامپوزیت در حین تف‌جوشی بدون فشار و استحکام قطعات تولیدی، مورد ارزیابی قرار گرفت.	۱۹۹۱	[۲۱]
سوزانکار و همکارانش	$Al_2O_3-B_4C$	پودر	پالس جریان الکتریکی	اثر $SiC$ بر تراکم، ریزساختار و خصوصیات مکانیکی کامپوزیت $Al_2O_3-B_4C$ ، مورد بررسی قرار گرفت.	۲۰۱۰	[۱۷]
هوانگ و همکارانش	$Al_2O_3-B_4C$	پودر	سنتز خوداحتراقی	بهبود خواص در نانوکامپوزیت $Al_2O_3-B_4C$ تولید شده به روش سنتز خوداحتراقی، در این تحقیق دیده می‌شود.	۲۰۱۱	[۲۰]
ابراهیمی و همکارانش	$Al_2O_3-B_4C$	پودر	مکانیکی-شیمیایی و سنتز خوداحتراقی	نانوکامپوزیت $Al_2O_3-B_4C$ ، از ترکیب روش‌های مکانیکی-شیمیایی و SHS، با استفاده از مواد اولیه آلومینیوم، گرافیت و اسید بوریک، سنتز شد.	۲۰۱۲	[۲۲]
شاکر و همکارانش	$Al_2O_3-B_4C$	پودر	مکانیکی-شیمیایی و سنتز ریزموج	مخلوط پودری آلومینیوم، گرافیت و اسید بوریک، با استفاده از روش مکانیکی-شیمیایی، تهیه شد و این مخلوط، توسط روش ریزموج، حرارت دید و واکنش‌ها، منجر به تولید $Al_2O_3-B_4C$ گردید.	۲۰۱۵	[۲۳]
نکیسا و همکارانش	$Al_2O_3-B_4C$	قطعه	مکانیکی-شیمیایی و سنتز احتراقی به کمک ریزموج	مخلوط اولیه آلومینیوم، کربن و بوریک اسید، به وسیله روش مکانیکی-شیمیایی، تهیه شد و سپس به کمک امواج ریزموج، سنتز احتراقی شد.	۲۰۱۵	[۲۴]
گاکمیس و همکارانش	$Al_2O_3-B_4C$	پودر	مکانیکی-شیمیایی	کامپوزیت سرامیکی $Al_2O_3-B_4C$ ، با استفاده از فرایند آلیاژسازی مکانیکی-شیمیایی، از مواد اولیه آلومینیوم، کربن و اکسید بور، بدست آمد.	۲۰۱۶	[۲۵]
گو و همکارانش	$Al_2O_3-B_4C$	قطعه	آلیاژسازی مکانیکی و پرس گرم	اثر افزودنی‌ها بر تراکم و ریزساختار کامپوزیت $Al_2O_3-B_4C$ ، مورد بررسی قرار گرفت.	۲۰۱۶	[۲۶]
کاودار و همکارانش	$Al_2O_3-B_4C$	قطعه	تف‌جوشی با استفاده از امواج القایی بسامد بالا	تراکم، زبری سطح، سختی و ریز ساختار نمونه‌ها، مورد بررسی قرار گرفت. نتایج، نشان داد که وقتی مقدار $B_4C$ افزایش می‌یابد، مقدار سختی نیز افزایش می‌یابد.	۲۰۱۸	[۲۷]
نورفوزی و همکارانش	$Al_2O_3-B_4C-C$	پودر	سنتز خوداحتراقی	سنتز کامپوزیت $Al_2O_3-B_4C$ ، با استفاده از مخلوط $Al_2O_3$ ، $B_2O_3$ و C، به روش SHS انجام شد.	۲۰۱۹	[۱۴]

## ۲- روش تحقیق

(کوچکتر از  $20 \mu m$ ) با خلوص بیش از ۹۹/۵٪ C (کوچکتر از  $30 \mu m$ ) با خلوص بیش از ۹۵٪، همگی ساخت شرکت مرک (Merck)، به‌عنوان مواد اولیه استفاده شد. در روش

برای تولید نانوکامپوزیت  $Al_2O_3-B_4C$ ، از پودرهای Al (کوچکتر از  $100 \mu m$ ) با خلوص بیش از ۹۸٪،  $B_2O_3$

مشابه، در دمای °C  $1500 \pm 20$ ، پرس گرم شد. برای این منظور، از پودر آلومینا با خلوص بیش از ۹۸٪ و میانگین اندازه ذرات ۵ μm، استفاده شد. نمونه‌های تف‌جوشی شده، در جدول ۲، شناسه‌گذاری شده‌اند.

به‌منظور اندازه‌گیری تخلخل، انجام آزمون‌های سختی سنجی و چگالی‌سنجی و بررسی‌های ریز ساختاری قطعات، نیاز به سرامیک نگاری  $Al_2O_3$  برای آماده‌سازی سطح نمونه‌ها بود؛ پولیش نمونه‌ها، روی نمد و با خمیر الماسه ۱ و ۰/۵ میکرومتر، انجام شد. سپس، نمونه‌ها، در ترکیب یک به یک اسید سولفوریک، اسید کلریدریک و اسید نیتریک جوشان تا دمای °C ۱۵۰، به مدت ۲ دقیقه، حکاکی و در آخر، با الکل، شسته شدند [۲۸].

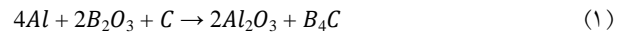
جدول ۲. شرایط آزمایش برای تهیه نمونه فله به روش پرس گرم

جنس	دمای تف‌جوشی (°C)	شناسه نمونه
$Al_2O_3-B_4C$	۱۴۰۰	MA10hSHSHP1400
$Al_2O_3-B_4C$	۱۵۰۰	MA10hSHSHP1500
$Al_2O_3-B_4C$	۱۶۰۰	MA10hSHSHP1600
$Al_2O_3$	۱۵۰۰	HP1500

برای اندازه‌گیری چگالی نمونه‌های بالک، از روش ارشمیدس، بر اساس استاندارد ASTM B 328، استفاده شد. سختی نمونه‌ها بر حسب ویکرز، بر اساس استاندارد ASTM C 1327، اندازه‌گیری شد؛ سختی‌سنجی هر نمونه در حداقل ۵ نقطه، با میزان بار اعمالی، ۳۰ kg و مدت زمان اعمال نیرو، ۳۰ ثانیه، صورت گرفت و میانگین بدست آمده برای ۵ نقطه آزمون، به‌عنوان سختی ویکرز نمونه، گزارش شد. چقرمگی شکست ( $K_{IC}$ )، بر اساس اندازه‌گیری طول ترک شعاعی ایجاد شده در نتیجه وارد شدن فرورونده آزمون سختی ویکرز و استفاده از رابطه پیشنهادی توسط آنتیس و همکارانش (رابطه ۲)، محاسبه شد [۲۹]:

$$K_{IC} = 0.016 \left( \frac{E}{H} \right)^{\frac{1}{2}} \left( \frac{P}{C^2} \right) \quad (2)$$

مکانیکی-شیمیایی، ۸ گرم مخلوط پودرهای اولیه، بر اساس معادله (۱)، در هر وعده آسیا، در محفظه آسیای سیاره‌ای (مدل PM 2400)، قرار داده شد:



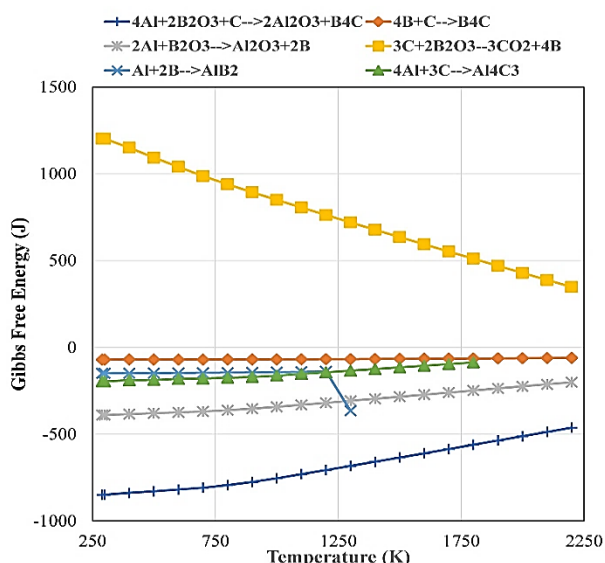
به‌منظور اجرای فرایند مکانیکی-شیمیایی، از آسیا با محفظه‌ای از جنس فولاد زنگ نزن سخت شده و گلوله‌هایی از جنس فولاد کروم‌دار، استفاده شد. سرعت چرخش محفظه آسیا، ۶۰۰ rpm و نسبت گلوله به پودر، ۱:۱۰ انتخاب شد. علاوه بر این، به‌منظور جلوگیری از ورود آلودگی و یا تشکیل فازهای اکسیدی ناخواسته، از هیچ عامل کنترل فرایندی<sup>۱</sup>، استفاده نشد. به‌منظور تکمیل واکنش‌ها و تبلور فازهای آمورف، از روش سنتز خوداحتراقی، استفاده شد. در این روش، گرمای اولیه لازم برای شروع واکنش، توسط مفتولی از آلیاژ تنگستن، به پودر داده شد تا با آغاز واکنش و پیشروی آن، محصول موردنظر بدست آید. برای این کار، مخلوط پودر اولیه، با استفاده از قالبی به قطر ۱ سانتی‌متر و استفاده از پرس سرد، به صورت استوانه، شکل‌دهی شد. سپس، استوانه، روی قطعه دیرگدازی، قرار داده شد و قطعه، با برقراری جریان دستگاه، در معرض حرارت ناشی از گداخته شدن سیم تنگستن متصل به دستگاه، قرار گرفت. بدین ترتیب، با گرم شدن سیم و انتقال این گرما به پودر، واکنش گرم‌زای شدیدی، آغاز شد.

به‌منظور تولید قطعه از پودر تولیدشده به روش پرس گرم، ۴ گرم نمونه، در قالب گرافیتی استوانه‌ای (TC57)، ساخت آلمان) به قطر ۱۸ mm، ریخته و مجموعه قالب و نمونه، در دستگاه پرس گرم (KOVAKO KHP-200، ساخت کره)، با نرخ گرمایش °C/min ۲۰ و فشار تک‌محور اعمالی ۳۵ MPa، قرار داده شد. در این حالت، از نیتريد بور هگزائونال، به‌عنوان روان‌کار، برای جلوگیری از چسبیدن قطعه به قالب، استفاده شد. فرایند، برای نمونه‌های کامپوزیتی  $Al_2O_3-B_4C$ ، در دماهای °C  $1400 \pm 20$ ، °C  $1500 \pm 20$  و °C  $1600 \pm 20$ ، در محیط خلاء ( $10^{-3}-10^{-4}$  pa)، به مدت ۱ ساعت، به‌طول انجامید. قطعه‌ای نیز به‌عنوان قطعه شاهد، از جنس  $Al_2O_3$ ، با شرایط

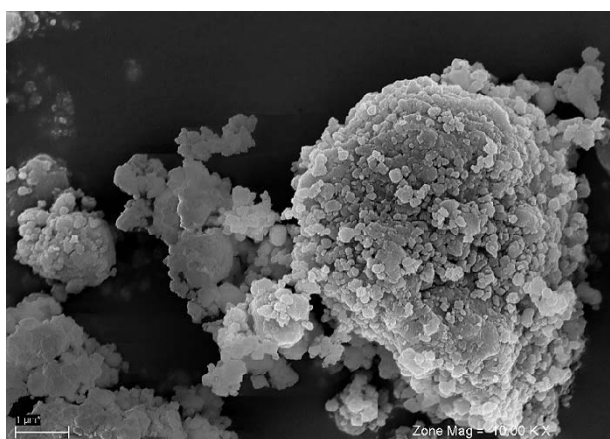
<sup>2</sup> Ceramography

<sup>1</sup> Process Control Agent

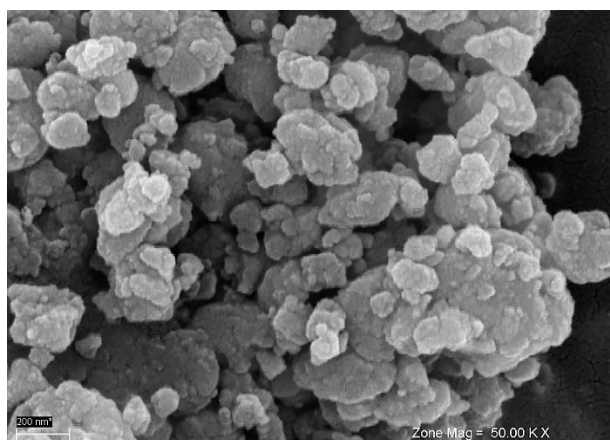
مسئله، می توان نتیجه گرفت که ذرات در مقایسه با حالت قبل از فرایند آسیاکاری، ریزتر شده اند.



شکل ۱. نمودار  $\Delta G_T$  تمامی واکنش ها در هر دما



(الف)



(ب)

شکل ۲. الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی محصول فرایند آسیاکاری و ب) بزرگنمایی بیشتر آن

که در آن،  $K_{IC}$  چقرمگی شکست، E، مدول کشسانی، H، سختی، P، نیرو و 2C، طول ترک است. از میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل TESCAN VEGA3، جهت بررسی ریزساختار و شکل ظاهری ذرات (اندازه، شکل، توزیع اندازه ذرات، تعیین اندازه اثر سختی و تعیین طول ترک شعاعی اطراف محل سختی) نمونه های تهیه شده، استفاده شد. از روش پراش سنجی پرتو ایکس (XRD)، جهت شناسایی ترکیبات فازی نمونه های بدست آمده تحت شرایط مختلف، استفاده شد. الگوهای پراش نمونه ها، به وسیله دستگاه XRD مدل Philips XPert Pro مجهز به لامپ تولید کننده پرتو Cu-K $\alpha$  و فیلتر نیکل و تکفام ساز بلوری، ثبت شد.

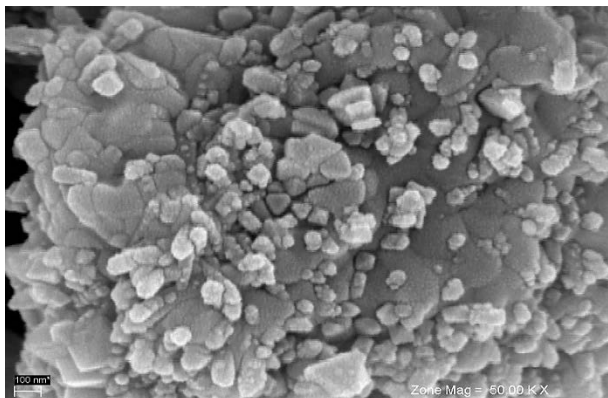
### ۳- نتایج و بحث

به منظور بررسی ترمودینامیکی فرایند سنتز کامپوزیت  $Al_2O_3-B_4C$ ، تغییرات انرژی آزاد گیبس ( $\Delta G$ ) واکنش، برای تک تک واکنش های احتمالی، مورد بررسی قرار گرفت. در این راستا، همانطور که در شکل ۱ قابل مشاهده است، همه واکنش ها، در دماهای مختلف، با جای گذاری در فرمول، محاسبه شد [۳۰]. با توجه به نمودار، واکنش هایی که  $\Delta G$  منفی دارند، از نظر ترمودینامیکی، محتمل هستند؛ ولی واکنش هایی که دارای  $\Delta G$  مثبت هستند، از نظر ترمودینامیکی، رخ نخواهند داد؛ در نتیجه، واکنش اصلی (معادله ۱)، می تواند انجام شود.

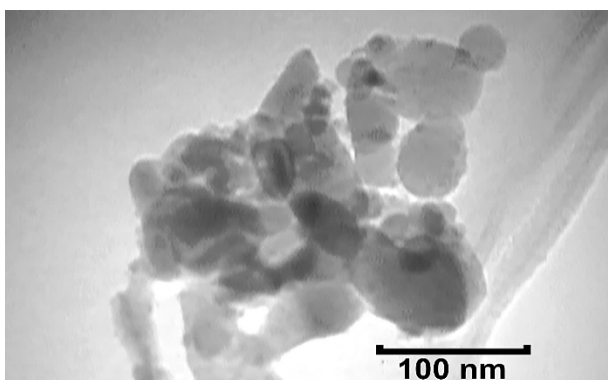
ترکیب پودرهای اولیه، شامل آلومینیوم، اکسید بور و کربن، بر اساس استوکیومتری معادله ۳، درون محفظه آسیا، ریخته شد. ذرات آلومینیوم، به شکل کشیده و با ابعاد میانگین حدود ۵۰ میکرومتر و ذرات اکسید بور، به شکل شکسته شده، با ابعاد میانگین ۲۰ میکرومتر هستند.

همان گونه که در شکل ۲ مشاهده می شود، اندازه ذرات بعد از فرایند آسیا، به اندازه دانه میانگین ۲۰۰ نانومتر رسیده است؛ زیرا ذرات پودر، بر اثر نیروی وارده از طرف گلوله های موجود در محفظه آسیا و قرارگرفتن بین دیواره محفظه و گلوله، به صورت لایه لایه، روی هم، قرار می گیرند؛ به نحوی که با افزایش برخوردها، میزان کار سختی وارد شده به آن ها، بیشتر شده و ذرات، ترد می شوند و با ضربات بعدی، تا حدی خردتر و ریزتر از اندازه اولیه می شوند [۳۱]. با استناد به این

آلومینا است. نتایج مشاهده شده با وقوع فرایند، بر اساس معادله ۱، منطبق است. تصویر میکروسکوپ الکترونی محصول پودری فرایند سنتز خوداحتراقی، در شکل ۴، ارائه شده است.



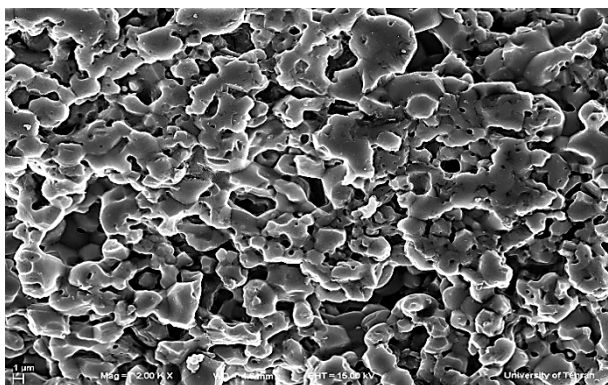
(الف)



(ب)

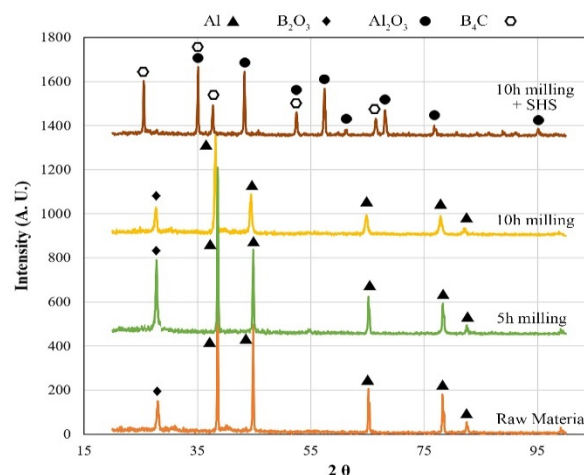
شکل ۴. تصویر میکروسکوپ الکترونی محصول پودری فرایند سنتز خوداحتراقی در دمای بالا: (الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و (ب) تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری

تصاویر نمونه‌های حاصل از شکل‌دهی با پرس گرم، در شکل ۵، مشاهده می‌شود. یکی از مشخصه‌های مهم فرایند تفجوشی، حساسیت شدید پیشرفت این فرایند، با تغییر دما است [۳۲].



(الف)

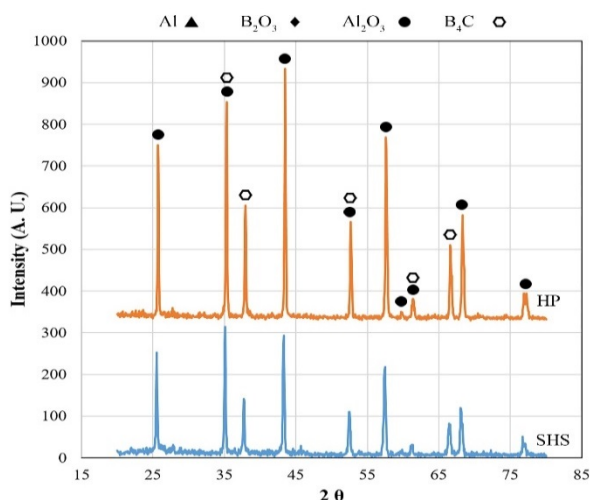
بعد از انجام مراحل مختلف آسیاکاری، به منظور ارزیابی واکنش‌های انجام شده و شناسایی محصول بدست آمده، از پراش سنجی پرتو ایکس، استفاده شد که الگوهای آن، در شکل ۳، مشاهده می‌شود. الگوی پراش مواد اولیه در مرحله نخست (قبل از شروع آلیاژسازی مکانیکی)، در مقایسه با پس از ۵ ساعت آلیاژسازی مکانیکی و ۱۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی، تغییر چندانی، نداشته است. تنها تغییر قابل مشاهده، افت شدت قله‌ها و پهن‌شدگی آن‌ها است که نشان‌دهنده کاهش اندازه ذرات پودرهای اولیه و افزایش کرنش ساختاری در آن‌ها است. ولی همان‌گونه که در شکل ۳ دیده می‌شود، اثری از قله‌های مواد اولیه، بعد از آسیاکاری به مدت ۱۰ ساعت و سپس سنتز خوداحتراقی، دیده نمی‌شود و قله‌های جدیدی، در الگوی پراش، ظاهر شده‌اند که این مورد، نشان‌دهنده واکنش میان مواد اولیه و تشکیل محصولی با فازهای جدید است.



شکل ۳. نمودار مقایسه‌ای الگوی پراش پرتو ایکس از مواد اولیه تا فرایند سنتز خوداحتراقی پودر نانوکامپوزیت  $Al_2O_3-B_4C$

برای شناسایی محصول فرایند، الگوی پراش آن، مورد بررسی قرار گرفت. بررسی‌های فازی، با استفاده از مقایسه الگوی بدست آمده و فهرست جامع الگوهای پراش (ICDD)، نشان می‌دهد که قله‌های جدید، متعلق به دو فاز  $Al_2O_3$  و  $B_4C$  هستند. در عین حال، مشاهده می‌شود که قله‌های مربوط به فاز  $Al_2O_3$ ، از ارتفاع بیشتری نسبت به قله‌های فاز  $B_4C$  برخوردار هستند که می‌تواند به دلیل درصد کمتر این فاز، نسبت به فاز  $Al_2O_3$  باشد. علاوه بر این، پایین‌تر بودن عدد اتمی بور و کربن، در مقایسه با عدد اتمی آلومینیوم و اکسیژن نیز، دلیل دیگر پایین بودن شدت پراش پرتو ایکس کاربید بور، نسبت به

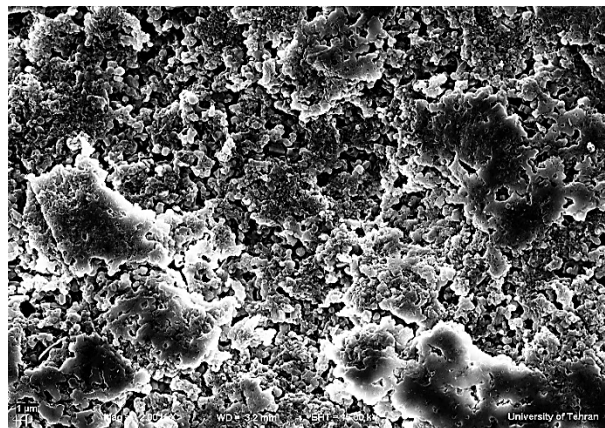
در نتیجه، تنش پسماند غیر یکنواخت، در ذرات، بوجود می‌آید. ولی در هنگام پرس گرم، این تنش پسماند، به دلیل بالا رفتن دما، از بین می‌رود و قله‌ها، به حالت اولیه، یعنی قله‌هایی بلند و تیز، برمی‌گردند. همانگونه که در نمودار مقایسه‌ای الگوهای پراش در شکل ۶ دیده می‌شود، قله‌های مربوط به الگوی پراش پرتو ایکس، بعد از پرس گرم، بلندتر و باریکتر از قله‌های مربوط به الگوی پراش بدست آمده بعد از فرایند سنتز خوداحتراقی است.



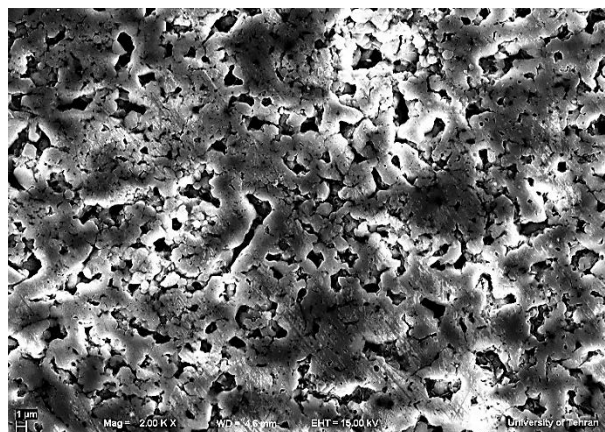
شکل ۶. مقایسه الگوی پراش پرتو ایکس بعد از سنتز خوداحتراقی و بعد از پرس گرم

تشکیل نانوکامپوزیت  $Al_2O_3-B_4C$  بعد از سنتز خوداحتراقی، با توجه به پراش قله‌های مربوطه، اثبات گردید؛ اما پراش این قله‌ها، در مقایسه با حالت بعد از تف‌جوشی، کوتاه‌تر و قله آنها پهن‌تر است. این پدیده، به این دلیل است که نمونه، حین فرایند تف‌جوشی، تحت دما و فشار زیاد قرار می‌گیرد که این امر، سبب می‌شود تا نفوذ، فعال گردد. در این مرحله، هر قسمت از نمونه که فوق‌ریزدانه یا آمورف بوده است و در زمینه الگوی پراش، محو شده یا قله آنها، به دلیل ارتفاع کم، قابل مشاهده نیست، بعد از فرایند تف‌جوشی، به دلیل بالا بودن دما و فشار، متبلور شده و رشد می‌کند؛ به همین دلیل، قله‌ها در الگوی پراش، بعد از فرایند تف‌جوشی، بلندتر و باریکتر، دیده می‌شود.

در جدول ۳، چگالی نمونه‌های تف‌جوشی شده، ارائه شده است. مقدار چگالی نظری نمونه‌های تف‌جوشی شده



(ب)



(ج)

شکل ۵. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه تف‌جوشی شده: الف) دمای  $1400\text{ }^\circ\text{C}$ ، ب) دمای  $1500\text{ }^\circ\text{C}$  و ج) دمای  $1600\text{ }^\circ\text{C}$

پودر موردنظر، در فرایند پرس گرم، درون قالب گرافیتی، ریخته شده و فشار تک‌محوری به آن، اعمال می‌شود. در حین انجام این عملیات، رشد دانه‌ها و تشکیل پلهایی میان ذرات، به دلیل فشار و حرارت، مشاهده می‌شود که باعث کاهش خلل و فرج در قطعه می‌گردد. همانگونه که در تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح نمونه‌ها در شکل ۵ مشاهده می‌شود، با افزایش دما، میزان رشد ذرات نیز، افزایش یافته و پلهای بیشتری بین ذرات، ایجاد شده است که نشان‌دهنده میزان پیشرفت فرایند تف‌جوشی، همراه با افزایش دما است و در کنار این رشد دانه، مقدار تخلخل‌های موجود، کم شده است.

در هنگام آلیاژسازی مکانیکی، قله‌های مواد اولیه، با گذشت زمان، کوتاه‌تر و پهن‌تر می‌شوند. این تغییر، به دلیل ریزتر شدن ذرات و همچنین، افزایش کرنش ساختاری است که

دمای  $1400^{\circ}\text{C}$ ، رو به بهبود است؛ زیرا سختی، با افزایش چگالی، بالا می‌رود.

به‌همین ترتیب، قطعه تف‌جوشی شده در دمای  $1500^{\circ}\text{C}$ ، دارای سختی بالاتری، نسبت به سایر قطعات است. سختی، در قطعه تف‌جوشی شده در دمای  $1600^{\circ}\text{C}$ ، به دلیل میزان رشد دانه‌ها در این قطعه، افت می‌کند؛ چرا که در این قطعه، همراه با افزایش دما، میزان رشد دانه، بر افزایش چگالی، غالب شده است [۲۱]. در مقایسه کلی قطعات تف‌جوشی شده نانوکامپوزیت  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$  با قطعه شاهد، می‌توان استنتاج کرد که حضور جزء  $\text{B}_4\text{C}$ ، در بهبود سختی، نقش چندان مثبتی ندارد؛ ولی با بالا رفتن دما، تا زمانی که میزان رشد دانه، بر چگالی غالب نشود، می‌توان به افزایش سختی، در قطعات تف‌جوشی شده از جنس این نانوکامپوزیت، کمک کند [۳۳ و ۳۴]. در شکل ۷ الف، نمونه‌ای از اثر فرورونده سختی در قطعه، مشاهده می‌شود.

$\text{Al}_2\text{O}_3$  برابر  $3/95 \text{ gr/cm}^3$  و چگالی بدست آمده از نمونه  $\text{Al}_2\text{O}_3$  برابر با  $3/7446 \text{ gr/cm}^3$  است که چگالی نسبی برای آن، معادل  $94/8\%$  و چگالی نمونه  $\text{B}_4\text{C}$  برابر با  $2/52 \text{ gr/cm}^3$  است. ترکیب تئوری مواد، برای ساخت کامپوزیت تولید شده بر اساس استوکیومتری،  $30\% \text{ Al}_2\text{O}_3\text{-}70\% \text{ B}_4\text{C}$  است. لذا، چگالی نظری این ترکیب، برابر با  $3/7925 \text{ gr/cm}^3$  است. با بررسی چگالی نمونه‌های تف‌جوشی شده، می‌توان نتیجه گرفت که هر چه دمای تف‌جوشی نمونه‌های  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$ ، افزایش یابد، چگالی نیز، افزایش می‌یابد؛ البته میزان افزایش، بسیار ناچیز بوده اما قابل ذکر است.

با توجه به نتایج ارائه شده در جدول ۴، سختی نمونه‌های تف‌جوشی شده نانوکامپوزیت  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$ ، در دماهای کمتر از  $1500^{\circ}\text{C}$  و همچنین، در دماهای بالاتر از آن، کمتر از قطعه تف‌جوشی شده در این دما است و سختی بالاتری، نسبت به قطعه تف‌جوشی شده آلومینایی، از خود نشان می‌دهد. به عبارت دیگر، سختی قطعه تف‌جوشی شده در

جدول ۳. نتایج آزمون چگالی سنجی

ترکیب نمونه	شناسه نمونه	چگالی نظری ( $\text{gr/cm}^3$ )	چگالی نمونه ( $\text{gr/cm}^3$ )	چگالی نسبی نمونه ( $\text{gr/cm}^3$ )
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$	MA10hSHSHP1400	۳/۶۹	۳/۱۲	۸۴/۶
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$	MA10hSHSHP1500	۳/۶۹	۳/۲۸	۸۹
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$	MA10hSHSHP1600	۳/۶۹	۳/۴۴	۹۳/۲
$\text{Al}_2\text{O}_3$	HP1500	۳/۹۵	۳/۷۴	۹۴/۸

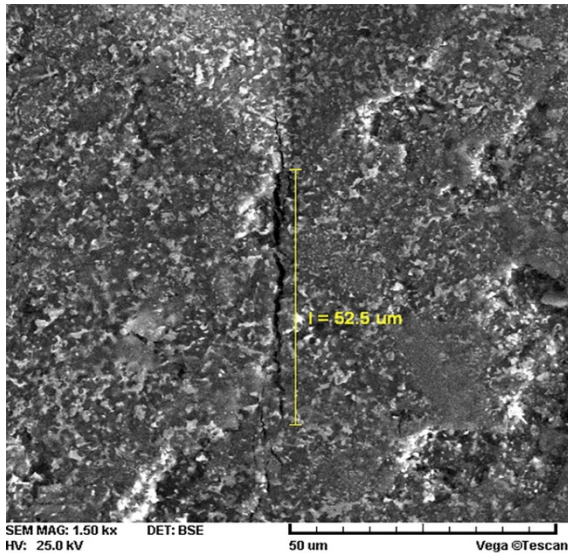
در جدول بالا MA، SHS dh و HP، به ترتیب نشان‌دهنده آلیاژسازی مکانیکی، ساعت، سنتر خوداحتراقی و پرس گرم است.

جدول ۴. نتایج آزمون‌های سختی و چقرمگی شکست

ترکیب نمونه	دمای پرس گرم ( $^{\circ}\text{C}$ )	سختی (GPa)	انحراف معیار سختی	چقرمگی شکست ( $\text{MPa.m}^{1/2}$ )	انحراف معیار چقرمگی شکست
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$	۱۴۰۰	۱۸/۷	۰/۶۳	۶/۱	۰/۳
$\text{Al}_2\text{O}\text{-B}_4\text{C}$	۱۵۰۰	۱۹/۶	۰/۷۸	۶/۷	۰/۲
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$	۱۶۰۰	۱۷/۳	۰/۹۲	۵/۲	۰/۲
$\text{Al}_2\text{O}_3$	۱۵۰۰	۱۹/۴	۰/۷۲	۲/۹	۰/۱

آلومینا، افزایش قابل توجهی داشته است. این مشخصه، با افزایش دما تا  $1500^{\circ}\text{C}$ ، افزایش و سپس، در قطعه تف‌جوشی شده در دمای  $1600^{\circ}\text{C}$ ، کاهش یافته است که نشان‌دهنده افت

از طرف دیگر، چقرمگی شکست، با توجه به نتایج بدست آمده در جدول ۴، در قطعات تف‌جوشی شده نانوکامپوزیت  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_4\text{C}$ ، نسبت به قطعه تف‌جوشی شده



(ج)

شکل ۷. اثر سختی‌سنجی روی قطعه، الف) در گوشه‌های اثر سختی، ترک‌هایی تشکیل شده است، ب) انحراف مسیر ترک و ج) کور شدن ترک در برخورد با ذره فاز دوم

با نگاه کلی به نتایج، می‌توان گفت که حضور جزء  $B_4C$ ، در کنار آلومینا، تأثیر مفیدی بر خاصیت چقرمگی شکست دارد؛ زیرا سختی ذرات کاربید بور، نسبت به ذرات آلومینا، بیشتر است. به همین دلیل، زمانی‌که این ذرات، بر سر راه ترک‌ها قرار می‌گیرند، ترک‌ها، نیاز به نیروی بیشتری برای عبور از این ذرات دارند؛ در نتیجه، هر چه ذرات کاربید بور، ریزتر (نانومتری) و پراکندگی آنها در نمونه، بیشتر باشد، چقرمگی قطعه، افزایش می‌یابد [۳۵ و ۳۶].

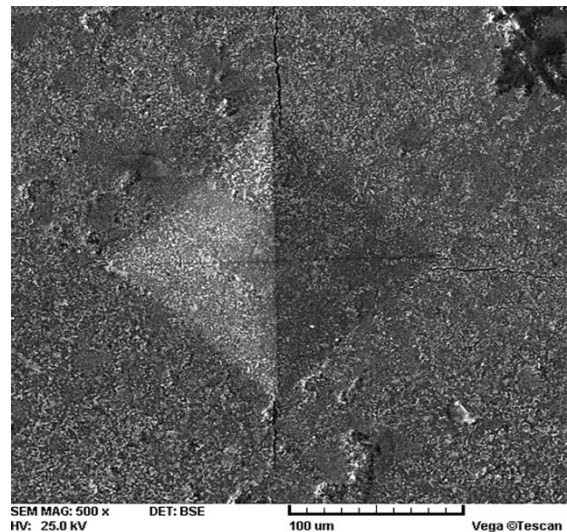
#### ۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش، تولید نانوکامپوزیت زمینه‌سرامیکی  $Al_2O_3-B_4C$ ، با استفاده از روش مکانیکی-شیمیایی و پس از آن، استفاده از روش سنتز خوداحتراقی در دمای بالا، با موفقیت، انجام شد. نمونه‌های پودری بدست آمده، با استفاده از پرس گرم، به‌صورت قطعه، شکل‌دهی شد و خواص مطلوبی، بدست آمد. در این راستا، نتایج قابل توجه زیر، بدست آمد:

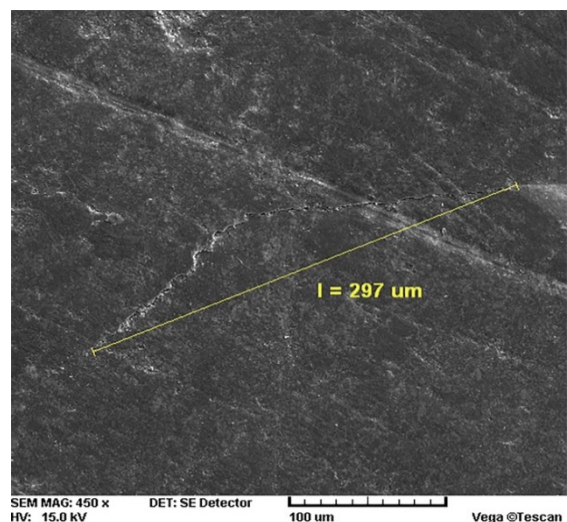
۱. با افزایش فرایند مکانیکی-شیمیایی، در نتیجه کاهش اندازه ذرات پودری اولیه و افزایش کرنش درونی آنها، شدت قله‌ها در الگوی پراش، کاهش یافته و عریض‌تر شد. این فرایند، جهت ترغیب مواد اولیه، برای سنتز خوداحتراقی، اجرا گردید.

خاصیت چقرمگی شکست، با افزایش دمای پرس گرم، به دلیل افزایش رشد دانه‌ها، با بالا رفتن دمای تف‌جوشی و غالب شدن آن، بر تأثیر مثبت افزایش چگالی است.

چقرمگی شکست سرامیک‌های تک جزئی، نظیر آلومینا و کاربید بور، به دلیل ماهیت ترد این ساختارها، بسیار کم و در حدود  $2-3 \text{ MPa.m}^{1/2}$  است. اما با کامپوزیت سازی، خصوصاً افزودن فاز دوم با اندازه بسیار ریز و پراکنده در زمینه فاز اول، می‌توان چقرمگی شکست آنها را بهبود داد. بهبود چقرمگی شکست این کامپوزیت‌ها، در نتیجه مکانیزم‌هایی، نظیر افزایش مسیر ترک، ایجاد ریزترک‌ها، ایجاد تنش فشاری در مقابل ترک و ... است. در کامپوزیت آلومینا-کاربید بور، نشانه‌هایی از مکانیزم‌های انحراف مسیر ترک و همچنین، کور شدن ترک در نتیجه برخورد با فاز دوم، مشاهده می‌شود که در شکل‌های ۷ ب و ج، قابل مشاهده است.



(الف)



(ب)

۲. در مرحله سنتز خوداحتراقی، تشکیل فازهای جدید، صورت پذیرفت و نانوکامپوزیت آلومینا-کاربید بور، حاصل گردید.
۳. با بررسی هر ۳ نمونه تفجوشی شده  $Al_2O_3-B_4C$  و نمونه شاهد تفجوشی شده آلومینا، مشاهده شد که بهترین نتایج، مربوط به قطعه تفجوشی شده در دمای  $1500^\circ C$ ، با سختی  $19/6$  GPa، چگالی نسبی  $99/4\%$  و چقرمگی  $6/7$  MPa.m<sup>1/2</sup> بود.
۴. حضور جزء  $B_4C$  در کنار آلومینا، تأثیر مفیدی بر خاصیت چقرمگی شکست داشت؛ زیرا سختی ذرات کاربید بور، نسبت به ذرات آلومینا، بیشتر است. در نتیجه، هر چه ذرات کاربید بور، ریزتر و پراکندگی آنها در نمونه، بیشتر باشد، چقرمگی قطعه، افزایش می‌یابد.
۵. افت چقرمگی شکست، با افزایش دمای پرس گرم به  $1600^\circ C$ ، به دلیل افزایش رشد دانه ها با افزایش دما و نیز غالب شدن آن بر چگالی، صورت می‌گیرد.
۶. با افزایش دمای تفجوشی، تا زمانی که افزایش رشد دانه بر چگالی غالب نشده است ( $1500^\circ C$ )، افزایش سختی در نمونه‌های تفجوشی شده نانوکامپوزیت  $Al_2O_3-B_4C$ ، مشاهده می‌شود.
- ### ۵- سپاسگزاری
- بدین وسیله از حمایت‌های مالی و معنوی دانشگاه آزاد اسلامی، واحد شیراز تشکر و قدردانی می‌گردد.
- ### مراجع
- Low, I. -M., *Advances in ceramic matrix composites*, Woodhead Publishing, (2014). <https://doi.org/10.1533/9780857098825.1>
  - Szutkowska, M., Jaworska, L., Boniecki, M., Stobierski, L., Rozmus, M., "Mechanical behavior of diamond matrix composites with ceramic  $Ti_3(Si,Ge)C_2$  bonding phase", *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 49, (2015), 302-306. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2014.09.017>
  - Lepakova, O. K., Karakchieva, N. I., Golobokov, N. N., Gal'chenko, N. K., Afanas'ev, N. I., "High-temperature synthesis of Ti-Si-B and Ti-Al-B composites and coatings", *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*, Vol. 29, No. 3, (2020), 150-156. <https://doi.org/10.3103/S106138622003005X>
  - Zhu, Y., Luo, D., Li, Z., Wang, Y., Cheng, H., Wang, F., Chen, T., "Effect of sintering temperature on the mechanical properties and microstructures of pressureless-sintered  $B_4C/SiC$  ceramic composite with carbon additive", *Journal of Alloys and*
- Compounds*, Vol. 820, (2020), 153153. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.153153>
5. Zhang, W., Yamashita, S., Kita, H., "Progress in pressureless sintering of boron carbide ceramics-A review", *Advances in Applied Ceramics*, Vol. 118, No. 4, (2019), 222-239. <https://doi.org/10.1080/17436753.2019.1574285>
6. Rabiezadeh, A., Ataie, A., Hadian, A. M., "Sintering of  $Al_2O_3-TiB_2$  nano-composite derived from milling assisted sol-gel method", *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 33, (2012), 58-64. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2012.02.013>
7. Fernández, C. P., Zabotto, F. L., Garcia, D., Kiminami, R. H. G. A., "In situ sol-gel co-synthesis under controlled pH and microwave sintering of PZT/CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> magnetoelectric composite ceramics", *Ceramics International*, Vol. 42, No. 2, Part B, (2016), 3239-3249. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.10.115>
8. Simonenko, E. P., Simonenko, N. P., Simonenko, T. L., Grishin, A. V., Tal'skikh, K. Y., Gridasova, E. A., Papyunov, E. K., Shichalin, O. O., Sevastyanov, V. G., Kuznetsov, N. T., "Sol-gel synthesis of  $SiC@Y_3Al_5O_{12}$  composite nanopowder and preparation of porous SiC-ceramics derived from it", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 235, (2019), 121734. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2019.121734>
9. Laadoua, H., Pradeilles, N., Lucas, R., Foucaud, S., Clegg, W. J., "Preparation of ZrC/SiC composites by using polymer-derived ceramics and spark plasma sintering", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 40, No. 5, (2020), 1811-1819. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2019.12.019>
10. Razavi, M., Farajipour, A. R., Zakeri, M., Rahimipour, M. R., Firouzbakht, A. R., "Production of  $Al_2O_3-SiC$  nano-composites by spark plasma sintering", *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, Vol. 56, No. 4, (2017), 186-194. <https://doi.org/10.1016/j.bsecv.2017.01.002>
11. Dash, A., Kim, B. -N., Klimke, J., Vleugels, J., "Transparent tetragonal-cubic zirconia composite ceramics densified by spark plasma sintering and hot isostatic pressing", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 39, No. 4, (2019), 1428-1435. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2018.12.004>
12. Martínez, V., Echeberria, J., "Hot isostatic pressing of cubic boron nitride-tungsten carbide/cobalt (cBN-WC/Co) composites: Effect of cBN particle size and some processing parameters on their microstructure and properties", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 90, No. 2, (2007), 415-424. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2006.01426.x>
13. Echeberria, J., Ollo, J., Bocanegra-Bernal, M. H., Garcia-Reyes, A., Domínguez-Rios, C., Aguilar-Elguezabal, A., Reyes-Rojas, A., "Sinter and hot isostatic pressing (HIP) of multi-wall carbon nanotubes (MWCNTs) reinforced ZTA nanocomposite: Microstructure and fracture toughness", *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 28, No. 3, (2010), 399-406. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2009.12.007>
14. Norfauzi, T., Hadzley, A. B., Azlan, U. A. A., Afuza, A. A., Faiz, M. M., Naim, M. F., "Fabrication and machining performance of ceramic cutting tool based on the  $Al_2O_3-ZrO_2-Cr_2O_3$  compositions", *Journal of Materials Research and Technology*, Vol. 8, No. 6, (2019), 5114-5123. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.08.034>
15. Singh, S., Yin, J., Lun, F., Mondal, D. P., Kim, D., Lee, S. -H., "Significance of modification of slurry infiltration process for the precursor impregnation and pyrolysis process of SiCf/SiC composites", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 40, No. 5, (2020), 2245-2251. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2020.01.009>
16. Rabiezadeh, A., Hadian, A. M., Ataie, A., "Preparation of alumina/titanium diboride nano-composite powder by milling assisted sol-gel method", *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 31, (2012), 121-124. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2011.09.015>
17. Swarnakar, A. K., Huang, S. G., Van der Biest, O., Vleugels, J., "Ultrafine  $Al_2O_3-B_4C$  composites consolidated by pulsed electric current sintering", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 499, No. 2, (2010), 200-205. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.03.166>
18. Cai, K. F., McLachlan, D. S., Axen, N., Manyatsa, R., "Preparation, microstructures and properties of  $Al_2O_3-TiC$

28. Chinn, R. E., *Ceramography: Preparation and Analysis of Ceramic Microstructures*, ASM International, (2002). [https://www.asminternational.org/home/-/journal\\_content/56/10192/06958G/PUBLICATION](https://www.asminternational.org/home/-/journal_content/56/10192/06958G/PUBLICATION)
29. Anstis, G. R., Chantikul, P., Lawn, B. R., Marshall, D. B., "A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, Direct crack measurements", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 64, No. 9, (1981), 533-538. <http://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1981.tb10320.x>
30. Barin, I., Platzki, G., *Thermochemical data of pure substances*, VCH, Weinheim; New York, (1995). <https://doi.org/10.1002/9783527619825>
31. Suryanarayana, C., "Mechanical alloying and milling", *Progress in Materials Science*, Vol. 46, No. 1, (2001), 1-184. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(99\)00010-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00010-9)
32. Heshmati-Manesh, S., Jabbarnia, A., "Influence of process control agents on mechanochemical synthesis of NiAl/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nano composite powder", *AIP Conference Proceedings*, Vol. 1217, (2010). <https://doi.org/10.1063/1.3377855>
33. Ji, X., Ji, C., Cheng, J., Shan, Y., Tian, S., "Erosive wear resistance evaluation with the hardness after strain-hardening and its application for a high-entropy alloy", *Wear*, Vol. 398-399, (2018), 178-182. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2017.12.006>
34. Datye, A., Koneti, S., Gomes, G., Wu, K. -H., Lin, H. -T., "Synthesis and characterization of aluminum oxide-boron carbide coatings by air plasma spraying", *Ceramics International*, Vol. 36, No. 5, (2010), 1517-1522. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2010.02.024>
35. Wang, R., Li, D., Wang, X., Li, W., "Temperature dependent fracture toughness of the particulate-reinforced ultra-high-temperature-ceramics considering effects of change in critical flaw size and plastic power", *Composites Part B: Engineering*, Vol. 158, (2019), 28-33. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.09.049>
36. Zhang, J., Wang, C., Zhang, Y., Deng, Y., "Effects of creep aging upon Al-Cu-Li alloy: Strength, toughness and microstructure", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 764, (2018). <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.06.103>
- composites", *Ceramics International*, Vol. 28, No. 2, (2002), 217-222. [https://doi.org/10.1016/S0272-8842\(01\)00080-3](https://doi.org/10.1016/S0272-8842(01)00080-3)
19. Suri, A. K., Subramanian, C., Sonber, J. K., Murthy, T. S. R. C., "Synthesis and consolidation of boron carbide: a review", *International Materials Reviews*, Vol. 55, No. 1, (2010), 4-40. <https://doi.org/10.1179/095066009X12506721665211>
20. Huang, H., Wang, X., Yang, J., Xu, K., Dai, S., "Research on the sintering property of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/B<sub>4</sub>C pellet", *Fenmo Yejin Jishu/Powder Metallurgy Technology*, Vol. 29, (2011), 190-193. <https://doi.org/10.19591/j.cnki.cn11-1974/1974.03.006>
21. Jung, C. -H., Kim, C. -H., "Sintering and characterization of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-B<sub>4</sub>C composites", *Journal of Materials Science*, Vol. 26, No. 18, (1991), 5037-5040. <https://doi.org/10.1007/BF00549888>
22. Ebrahimi-Kahrizsangi, R., Torabi, O., "Combination of mechanochemical activation and self-propagating behavior for the synthesis of nanocomposite Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/B<sub>4</sub>C powder", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 514, (2012), 54-59. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.10.075>
23. Shaker, E., Sakaki, M., Jalaly, M., Bafghi, M., "Microwave synthesis of B<sub>4</sub>C-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite in a mechanically activated Al/B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/C powder mixture", *Iranian Journal of Materials Science and Engineering*, Vol. 12, (2015), 89. <https://doi.org/10.22068/ijmse.12.4.89>
24. Nakisa, O., Bavand Vandchali, M., Samadi, H., "The influence of mechanical activation on microwave combustion synthesis of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-B<sub>4</sub>C composite powder", *Ceramic Science & Engineering*, Vol. 4, No. 4, (2016), 11-24. <http://ijcse.ir/article-1-382-fa.html>
25. Gokmese, H., Bostan, B., Baris, M., "Fabrication and characterization of nanoceramic particle Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/B<sub>4</sub>C composite by mechanochemical approach", *Inorganic and Nano-Metal Chemistry*, Vol. 47, No. 3, (2017), 416-422. <https://doi.org/10.1080/15533174.2016.1186075>
26. Guo, W. -M., Zhang, Z. -L., Li, J. -X., You, Y., Wu, S. -H., Lin, H. -T., "Improvement of densification and mechanical properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-B<sub>4</sub>C ceramics", *Ceramics International*, Vol. 42, No. 9, (2016), 11486-11489. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.04.025>
27. Cavdar, U., Altintaş, A., Karaca, B., "In-situ compaction and sintering of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-B<sub>4</sub>C composites by using a High-Frequency Induction System", *Metallic Materials*, Vol. 56, (2018), 177-181. [https://doi.org/10.4149/km\\_2018\\_3\\_177](https://doi.org/10.4149/km_2018_3_177)