

## فازهای نهایی سیستم آلومینا - زیرکن با استفاده از الگوی پراش پرتو ایکس

رعنا نصراله نژاد<sup>۱</sup>، هودسا مجیدیان<sup>۱\*</sup>، تورج عبادزاده<sup>۱</sup>، لیلیا نیکزاد<sup>۱</sup>

<sup>۱</sup>پژوهشگاه مواد و انرژی، پژوهشکده سرامیک، کرج، ایران.

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۴/۲/۲۷، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۴/۱۲/۱۷، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۵/۲/۲۶

**چکیده** در این مطالعه هفت ترکیب از سیستم آلومینا و زیرکن با نسبت‌های آلومینا به زیرکن ۱۰۰/۰، ۸۵/۱۵، ۷۰/۳۰، ۴۵/۵۵، ۳۵/۶۵، ۲۰/۸۰ و ۰/۱۰۰ انتخاب شد. پودر مواد اولیه پس از توزین به مدت ۲۴ ساعت آسیاب و سپس با استفاده از دستگاه پرس شکل‌دهی شدند. نمونه‌ها در دماهای ۱۵۵۰، ۱۶۰۰ و ۱۶۵۰ درجه سانتی‌گراد با سرعت گرمایش ۲ درجه بر دقیقه و ماندگاری ۳ ساعت در دمای ماکزیمم سینتر گردیدند. برای شناسایی نوع فازهای موجود و درصد فازهای تشکیل شده، الگوی پراش پرتو ایکس قطعات تهیه شده بررسی گردید. تأثیر نسبت آلومینا به زیرکن و دمای سینتر بر مقدار تشکیل فازهای مولایت و زیرکینا مورد بررسی قرار گرفت. درصد تخلخل تمامی نمونه‌ها اندازه‌گیری و تأثیر ترکیب، دما و فازهای نهایی بر این ویژگی‌ها مطالعه شد. نتایج نشان داد که زیرکن موجب بهبود سینتر بدنه آلومینا شده و آلومینا نیز موجب تسریع تجزیه زیرکن می‌شود.

**کلمات کلیدی:** آلومینا، زیرکن، زیرکینا، مولایت،  $\text{SiO}_2$ .

## Properties Type And Amount Of The Final Phases Of Alumina-zircon

Rana Nasrollahnezhad<sup>1</sup>, Hudsa Majidian<sup>1\*</sup>, Touradj Ebadzadeh<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Materials and energy research center, Department of Ceramic, karaj, Iran.

**Abstract** In this study seven combination of Alumina and Zircon was selected by ratio of Alumina to Zircon of : 100/0, 85/15, 70/30, 45/55, 35/65, 20/80, 0/100. After weighing the powder raw material, mill for 24 hours and then were using press forming. The samples were sintered in temperatures of 1550, 1600, 1650. To identify the phases and percentage of phases formed, X-ray diffraction pattern produced parts were investigated. The effect of Alumina to Zircon ratio and sintered temperature on the formation of mullite and zircon phases were investigated. All samples porosity were measured and the effect of combination and temperature and the final phases on this characteristic were studied. The results showed that zircon improved alumina sintered body of alumina and zircon are also accelerate decomposition.

**Keywords:** Alumina, Zircon, Zirconia, Mullite,  $\text{SiO}_2$ .

## ۱- مقدمه

موجب کاهش شدید دمای تجزیه می‌شود [۱۰]. مقاومت به شوک حرارتی این کامپوزیت‌ها نسبت به دیرگدازهای آلومینا-مولایت بیشتر است [۱۱-۱۴] ولی خواص آنها به طور قابل ملاحظه‌ای در دماهای بالا کاهش می‌یابد [۱۵]. بهبود خواص مکانیکی به تغییر فاز ذرات از تتراگونال به منوکلینیک در منطقه انتشار ترک مربوط می‌شود [۱۶].

کاربرد نسوزهای AMZ در صنعت شیشه به علت تحمل تنش شوک حرارتی در طی کارکرد می‌باشد. اولین کاربرد این نسوزها در کارهای صنعتی بعد از تعیین میزان مقاومت به خوردگی آنها در اکثر قسمت‌ها بوده است. کامپوزیت‌های آلومینا-مولایت را می‌توان با ترکیبات زیرکن که ارزان‌تر از زیرکنیای خالص است به دست آورد [۱۷].

دیرگدازهای AMZ به علت تحمل تنش و شوک حرارتی در طی کارکرد به عنوان نازل‌ها، تیوپ‌ها و در صنعت شیشه کاربرد بسیاری دارند. یکی از موارد مهم در تهیه و کاربرد این دیرگدازها، نوع و مقدار فازهای تشکیل دهنده آنها است. نکته‌ای که کمتر در مورد این کامپوزیت به چشم می‌خورد، بررسی ترکیب و نسبت مواد اولیه است. در این مطالعه تلاش شد تا با انتخاب نسبت‌های متفاوت میان آلومینا و زیرکن بتوان ترکیب‌های مختلف از سیستم آلومینا و زیرکن را بررسی کرد. در واقع نوآوری این مقاله بررسی جامع ترکیب نهایی آلومینا-زیرکن است که در نتیجه می‌توان فازهای نهایی را با توجه به کاربرد مورد نظر، طراحی و انتخاب نمود. این قطعات که به عنوان نازل‌ها کاربرد فراوانی دارند، بسته به ترکیب مواد اولیه، فازهای نهایی و در نتیجه خواص گوناگونی خواهند داشت که تاکنون بررسی سیستماتیکی در این مورد انجام نشده است.

## ۲- روش تحقیق

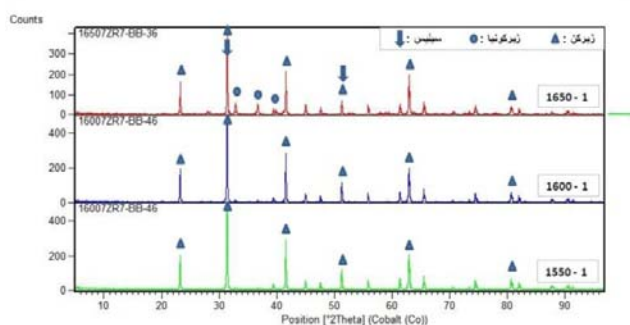
در این پژوهش از دو پودر زیرکن (شرکت Bitossi، نوع Zircobit Fu) و آلومینا (از شرکت Silkem نوع MF۲۵) با اندازه دانه‌های ۴۵ میکرومتر استفاده گردید که آنالیز هر کدام در جدول (۱) گزارش شده است.

در ابتدا اثر افزودن آلومینا بر زیرکن (۴ ترکیب با نسبت‌های قید شده در جدول ۲) بررسی گردید. در مرحله دوم، افزودن زیرکن به آلومینا مورد بررسی قرار گرفت (۴ ترکیب طبق

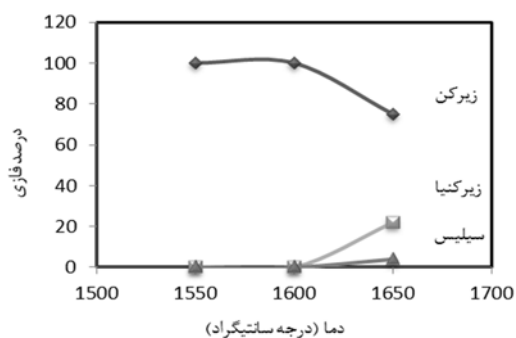
در سال‌های اخیر زیرکنیا ( $ZrO_2$ ) به خاطر خواص مکانیکی، حرارتی، الکتریکی، شیمیایی و نوری عالی به عنوان یک ماده با تکنولوژی بالا در مصارف صنعتی توجه زیادی را به خود جلب نمود. برای تهیه پودر  $ZrO_2$  در فرایندهای مداوم تجاری تولید، به طور معمول از منابع طبیعی موجود مقرون به صرفه به نام‌های بادلیت ( $ZrO_2$ ) و زیرکن ( $ZrSiO_4$ ) استفاده می‌شود. از بین این دو مورد زیرکن بسیار مهم‌تر است [۱ و ۲]. آجرهای زیرکنی معمولاً در کوره‌های ذوب آلومینیوم، کوره‌های کودهای فسفات کلسیمی و بوته‌های ذوب پلاتین استفاده می‌شوند. آجرهای زیرکنی با چگالی بالا در کوره‌های ذوب شیشه در مناطق ذوب و تصفیه در تانکرهای ذوب سیلیس نصب می‌گردند [۳]. استفاده از زیرکن به آجرهای زیرکنی محدود نمی‌شود و می‌توان کاربرد گسترده آن را در تهیه دیرگدازهای مولایت-زیرکنیا نیز مشاهده کرد. مطالعات گسترده در مورد کامپوزیت‌های مولایت-زیرکنیا (MZ) منجر به روشن شدن این حقیقت شد که پراکنده شدن ذرات زیرکنیا در بدنه‌های مولایتی موجب بهبود خواص ترمومکانیکی و افزایش چقرمگی می‌شود. در این کامپوزیت‌ها ریزترک‌های ناشی از استحاله مارتنزیتی منجر به جذب یا مهار انرژی پتانسیل الاستیکی ایجاد شده توسط گسترش ترک‌ها شده که موجب ویژگی مقاومت به شوک حرارتی بالا می‌شود [۴ و ۵]. سرامیک‌های مولایت-زیرکنیا نیز به علت دارا بودن خواصی مانند مقاومت خوب نسبت به شوک حرارتی، ختثایی شیمیایی، مقاومت به خوردگی در برابر حمله مذاب‌های فلزی، کاربردهای ویژه و مفیدی دارند.

دسته دیگری از دیرگدازها به نام کامپوزیت‌های آلومینا-مولایت-زیرکنیا (AMZ) از دانه‌های مولایت و زیرکنیای پخش شده در زمینه آلومینا تشکیل شده‌اند که در دمای اتاق استحکام و چقرمگی شکست بالایی از خود نشان می‌دهند. کامپوزیت‌های AMZ را می‌توان از ترکیب کردن زیرکن و آلومینا که ارزان‌تر از زیرکنیای خالص است تهیه نمود [۶]. هنگامی که  $ZrSiO_4$  به  $ZrO_2$  و  $SiO_2$  تجزیه شود، فاز شیشه‌ای ( $SiO_2$ ) تراکم را به هنگام سینتر بهبود می‌دهد [۷ و ۸]. شروع دمای تجزیه زیرکن طبق دیگرام فازی  $ZrO_2-SiO_2$  تقریباً ۱۶۷۵ درجه سانتی‌گراد می‌باشد [۹]؛ ولی وجود برخی ناخالصی‌ها در پودرهای اولیه

۱۵، ۳۰ و ۴۵ درصد به زیرکن اضافه می شود. در نمونه ۱۰Z در دماهای ۱۶۰۰ و ۱۵۵۰ درجه تجزیه صورت نپذیرفته؛ ولی در نمونه های سیتر شده در دمای ۱۶۵۰ درجه مقداری از زیرکن به زیرکینا و  $\text{SiO}_2$  تبدیل شده است. نتایج XRD در شکل (۱) حضور زیرکینا را در دمای ۱۶۵۰ در این ترکیب تأیید می کند ولی پیک های زیرکن نشان دهنده عدم تجزیه کامل زیرکن در این دما می باشد. در شکل (۲) که تغییرات درصد فازهای ترکیب  $\text{ZrO}_2$  را نشان می دهد، مشاهده می شود که در دمای ۱۶۵۰ درجه، درصد زیرکن کاهش و درصد فازهای زیرکینا و  $\text{SiO}_2$  افزایش یافته است.



شکل ۱. XRD ترکیب  $\text{ZrO}_2$  در دماهای ۱۵۵۰، ۱۶۰۰ و  $1650^\circ\text{C}$ .



شکل ۲. تغییرات درصد فازهای ترکیب  $\text{ZrO}_2$  در دماهای مختلف.

در ترکیب  $\text{ZrO}_2$  با افزودن حدود ۱۵ درصد آلومینا به زیرکن (شکل ۳) تجزیه زیرکن از دمای ۱۵۵۰ درجه شروع شده؛ در این دما حضور پیک های مولایت، زیرکینا و زیرکن حاکی از آن است که جزیی از زیرکن تجزیه شده و  $\text{SiO}_2$  حاصل از تجزیه، در اثر واکنش با آلومینا به مولایت تبدیل شده است. با افزایش دمای سیتر تا ۱۶۰۰ درجه (همان طور که در شکل (۴) دیده می شود) مقدار زیرکن کاهش و فازهای زیرکینا،  $\text{SiO}_2$  و مولایت افزایش یافته است. شیب نمودار نشان دهنده سرعت تجزیه زیرکن با افزایش دما می باشد. در نهایت با سیتر

جدول (۳). پودر مواد اولیه با یکدیگر مخلوط و سپس هر ترکیب به مدت ۲۴ ساعت با سرعت ۶۰ دور بر دقیقه به صورت تر آسیاب شد. ترکیبات آسیاب شده خشک و بعد از گرانول سازی با رطوبت ۲٪ به صورت قطعات استوانه ای به قطر ۳ cm پرس و در دماهای ۱۵۵۰، ۱۶۰۰ و ۱۶۵۰ درجه سانتی گراد با سرعت گرمایش ۲ درجه بر دقیقه و ماندگاری ۳ ساعت در دمای ماکزیمم سیتر شدند. آنالیز XRD نمونه ها با استفاده از دستگاه زیمنس انجام شد. تحلیل و تعیین درصد هر فاز با استفاده از طیف های XRD و آنالیز شبه کمی بر اساس نسبت شدت پیک ها انجام گرفت که با مقداری خطا همراه است.

جدول ۱. آنالیز شیمیایی مربوط به آلومینا و زیرکن.

ماده	L.O.I	$\text{TiO}_2$	$\text{HfO}_2$	$\text{Na}_2\text{O}$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{SiO}_2$	$\text{ZrO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$
آلومینا	۰/۱۵	-	-	۰/۴	۰/۰۳	۰/۰۳	-	۹۹/۲۰
زیرکن	۰/۳	۰/۱۹	۱	-	۰/۰۷	۳۳/۵	۶۴	۰/۵

جدول ۲. نسبت آلومینا و زیرکن در هر ترکیب.

شناسه ترکیب	Z100	Z85A15	Z70A30	Z55A45
درصد زیرکن	۱۰۰	۸۵	۷۰	۵۵
درصد آلومینا	۰	۱۵	۳۰	۴۵

جدول ۳. نسبت آلومینا و زیرکن در هر ترکیب.

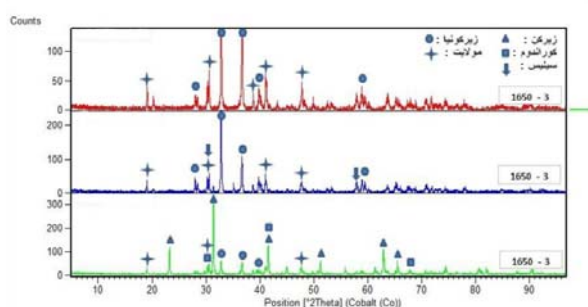
شناسه ترکیب	A100	A80Z20	A65Z35	A45Z55
درصد آلومینا	۱۰۰	۸۰	۶۵	۴۵
درصد زیرکن	۰	۲۰	۳۵	۵۵

### ۳- نتایج و بحث

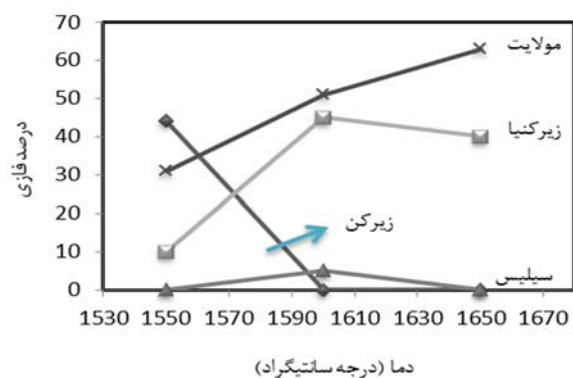
#### ۳-۱- اثر افزودن آلومینا بر زیرکن

ترکیب ۱۰۰Z زیرکن خالص است که در ترکیب های  $\text{ZrO}_2$ ،  $\text{ZrO}_2$ ،  $\text{ZrO}_2$  و  $\text{ZrO}_2$  به ترتیب آلومینا با نسبت های

درجه فازهای نهایی همانند فازهای حاصل از دمای ۱۶۰۰ درجه است؛ با این تفاوت که  $\text{SiO}_2$  نسبت به دمای ۱۶۰۰ درجه کاهش یافته که می‌توان به این نتیجه رسید که  $\text{SiO}_2$  حاصل از تجزیه زیرکن که به صورت واکنش نکرده باقی مانده بود، در دمای بالا مانند ترکیب Z85A15 شیشه‌ای شده؛ ولی با توجه به مقدار بالای آلومینا، میزان  $\text{SiO}_2$  در این ترکیب کمتر است؛ در نتیجه فاز شیشه‌ای نتوانسته غالب شده و قطعه را دفرمه کند.



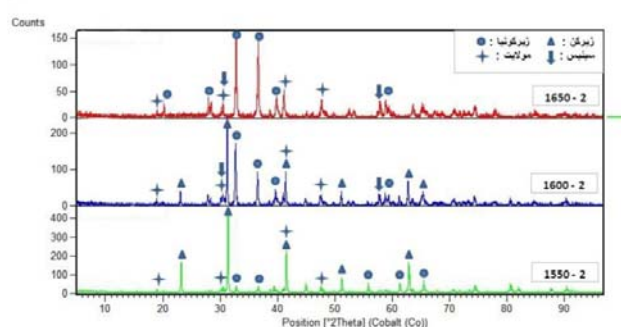
شکل ۵. XRD ترکیب ZV0A30 در دماهای ۱۶۰۰، ۱۵۵۰، و ۱۶۵۰°C.



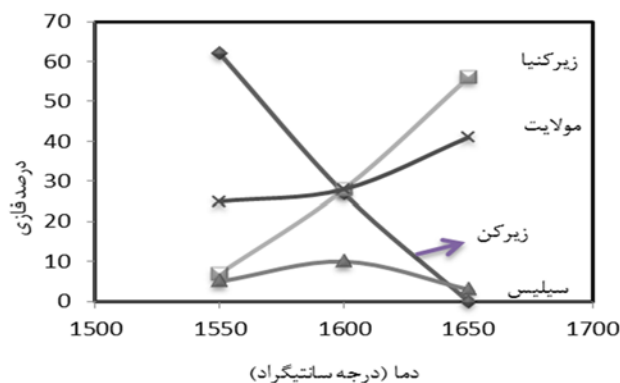
شکل ۶. تغییرات درصد فازهای ترکیب ZV0A30 در دماهای مختلف.

در ترکیب Z55A45 که ترکیب استوکیومتری آلومینا-زیرکن جهت تشکیل فازهای مولایت و زیرکونیا است، مقدار زیرکن باقیمانده در دمای ۱۵۵۰ درجه بسیار کم (حدود ۱۵٪) بوده و مابقی آن به زیرکونیا تبدیل شده است (شکل ۷). طبق شکل (۸) در دمای ۱۵۵۰ درجه فازهای زیرکن، مولایت و زیرکونیا در ترکیب حضور دارند. با افزایش دما تا ۱۶۰۰ درجه تنها فازهای زیرکونیا و مولایت که حاصل از واکنش آلومینا با  $\text{SiO}_2$  آزاد شده از تجزیه زیرکن می‌باشد، تشکیل می‌شوند. با افزایش دما تا ۱۶۵۰ درجه فازهای نهایی و درصدهای تقریبی آنها هیچ تغییری نمی‌کند.

نمونه‌های Z85A15 در دمای ۱۶۵۰ درجه، تمام زیرکن تجزیه شده و فازهای مولایت و زیرکونیا باقی مانده است. در این دما،  $\text{SiO}_2$  به مقدار صفر می‌رسد. با توجه به این که قطعات مربوط به این ترکیب تا حدودی دفرمه شده، می‌توان احتمال داد که در دمای بالاتر از ۱۶۰۰ درجه، فاز شیشه ایجاد شده که در آنالیز XRD قابل شناسایی نیست؛ در طیف XRD این ترکیب در دمای ۱۶۵۰ درجه، زمینه طیف می‌تواند نشان دهنده حضور فاز شیشه باشد.



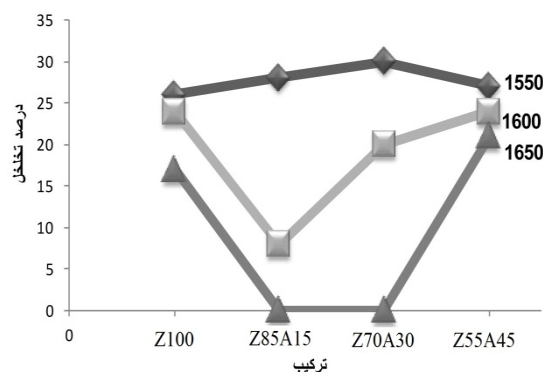
شکل ۳. XRD ترکیب Z85A15 در دماهای ۱۶۰۰، ۱۵۵۰، و ۱۶۵۰°C.



شکل ۴. تغییرات درصد فازهای ترکیب Z85A15 در دماهای مختلف.

در ترکیب ZV0A30 با ۳۰ درصد آلومینا، در دمای ۱۵۵۰ درجه تجزیه جزئی زیرکن روی داده و  $\text{SiO}_2$  حاصل از تجزیه با آلومینا واکنش کرده و مولایت حاصل می‌شود؛ ولی از آنجایی که میزان آلومینا بالاست، مابقی آلومینا به فاز کوراندوم تبدیل می‌شود. طبق طیف XRD شکل (۵)، در این ترکیب در دمای ۱۵۵۰ درجه فازهای حاضر مولایت، زیرکن، کوراندوم و زیرکونیا می‌باشد. با افزایش دمای سیتتر به ۱۶۰۰ درجه تمام زیرکن تجزیه شده است. همان‌طور که در شکل (۶) نیز دیده می‌شود با افزایش دما تا ۱۶۰۰ درجه، زیرکن از ۷۰ درصد به صفر می‌رسد و فازهای زیرکونیا، مولایت و  $\text{SiO}_2$  افزایش می‌یابد. در دمای ۱۶۵۰

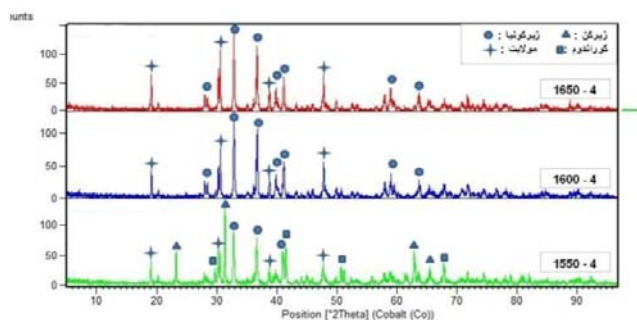
در شکل (۹) درصد تخلخل قطعات نشان داده شده است.



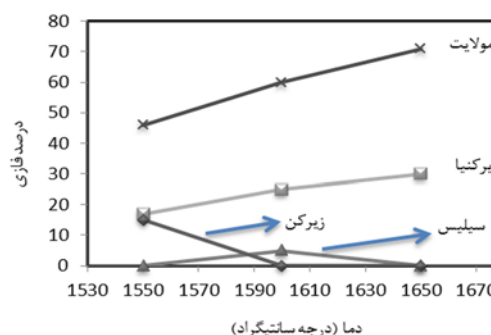
شکل ۹. تغییرات درصد تخلخل در دماهای مختلف.

همانطور که مشاهده می شود در دمای ۱۵۵۰ درجه درصد تخلخل قطعات تفاوت چندانی ندارد؛ ولی در دماهای ۱۶۰۰ و ۱۶۵۰ درجه حضور فازهای مختلف، شرایط سینتر متفاوتی را ایجاد می کند. به نظر می رسد افزودن آلومینا به زیرکن موجب کاهش تخلخل و بهبود سینتر قطعه شده است. در دمای ۱۶۵۰ درجه مقدار تخلخل در ترکیب Z100 در حدود ۱۷٪ است ولی در ترکیب های Z85A15 و Z70A30 به علت فاز شیشه موجود، درصد تخلخل و جذب آب صفر شده است.

ترکیب Z100 در دمای ۱۵۵۰ درجه ۲۶٪، در دمای ۱۶۰۰ درجه ۲۴٪ و در دمای ۱۶۵۰ درجه دارای ۱۷٪ تخلخل است؛ کاهش تخلخل از دمای ۱۶۰۰ به ۱۶۵۰ را می توان به حضور  $\text{SiO}_2$  حاصل از تجزیه زیرکن و ایجاد فاز شیشه در دمای بالا مربوط دانست. در ترکیب Z85A15 با افزایش دما از ۱۵۵۰ به ۱۶۰۰ درجه، تخلخل از ۲۸٪ به ۸٪ کاهش یافته که علت اصلی آن تجزیه زیرکن و حضور  $\text{SiO}_2$  (فاز شیشه ای) می باشد. در دمای ۱۶۵۰ تخلخل ترکیب Z85A15 به صفر می رسد؛ احتمال داده می شود فاز  $\text{SiO}_2$  در حالت آمورف به بیشترین حد خود رسیده است. این فاز در اثر اعمال دمای بالا ذرات دیگر را احاطه نموده تا حدی که موجب دفرمگی قطعات و بسته شدن تخلخل ها می شود (شکل ۱۰). در ترکیب Z70A30 شرایط فازی همانند ترکیب Z85A15 می باشد؛ با این تفاوت که به علت مقدار بیشتر آلومینا،  $\text{SiO}_2$  باقی مانده نسبت به ترکیب Z85A15 کمتر و مقدار مولایت تشکیل شده بیشتر است. در ترکیب Z55A45 به علت واکنش  $\text{SiO}_2$  با آلومینا و عدم حضور فاز شیشه، با افزایش دما، تخلخل کاهش چندانی نخواهد داشت.



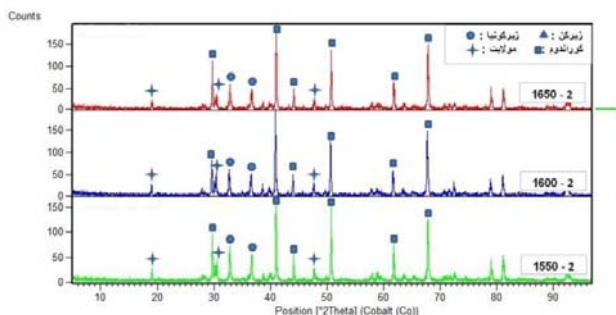
شکل ۷. XRD ترکیب Z55A45 در دماهای ۱۵۵۰، ۱۶۰۰ و ۱۶۵۰°C.



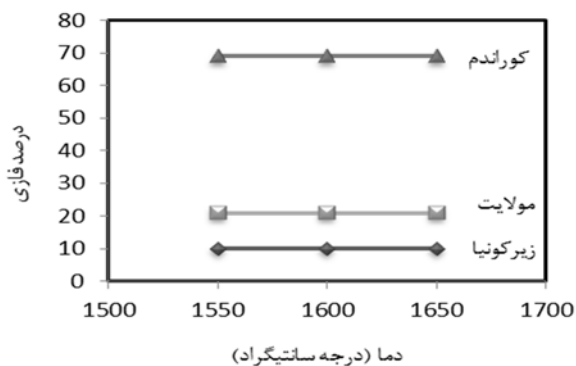
شکل ۸. تغییرات درصد فازهای ترکیب Z55A45 در دماهای مختلف.

با نگاه جامع می توان دریافت که از ترکیب Z100 تا Z55A45 با افزودن آلومینا به زیرکن دمای تجزیه زیرکن کاهش یافته است. با استخراج درصد تقریبی هر فاز با استفاده از نتایج آنالیز XRD که با مقداری خطا همراه بوده، می توان گفت در ترکیب Z100، زیرکن تا دمای ۱۶۵۰ درجه واکنش نکرده باقی مانده و در این دما تنها جز کوچکی از آن حدود ۲۵٪ تجزیه شده است. در ترکیب Z85A45 با افزودن ۱۵ درصد آلومینا به زیرکن، تجزیه زیرکن از دمای ۱۵۵۰ درجه شروع شده و حدوداً در دمای ۱۵۵۰ درجه ۲۷٪، در دمای ۱۶۰۰ درجه ۶۸٪ و در دمای ۱۶۵۰ درجه ۱۰۰٪ زیرکن تجزیه شده است. در ترکیب Z70A30 در دمای ۱۶۰۰ درجه ۱۵۵۰ درجه تقریباً ۳۵ درصد از زیرکن و در دماهای ۱۶۰۰ و ۱۶۵۰ درجه تمام زیرکن موجود در ترکیب تجزیه شده است. در ترکیب Z55A45 در دمای ۱۵۵۰ درجه تقریباً ۷۰ درصد زیرکن موجود در ترکیب و در دماهای ۱۶۰۰ و ۱۶۵۰ درجه تمام زیرکن تجزیه شده است. بنابراین می توان نتیجه گرفت افزودن آلومینا به زیرکن تا نسبت استوکیومتری موجب کاهش دمای تجزیه زیرکن شده است.

تشکیل شده است. با افزایش دمای سینتر به ۱۶۰۰ و ۱۶۵۰ درجه در نوع و میزان فازهای نهایی تغییری دیده نمی‌شود.

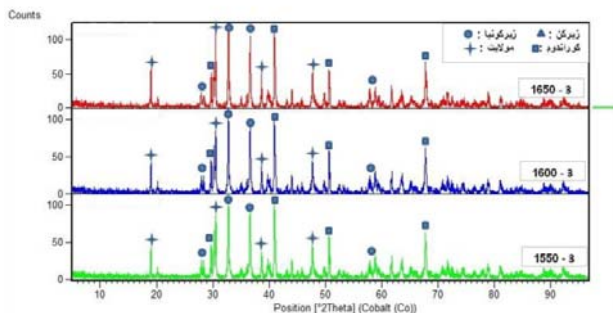


شکل ۱۳. XRD ترکیب  $A_{80}Z_{20}$  در دماهای ۱۵۵۰، ۱۶۰۰ و  $1650^{\circ}C$ .

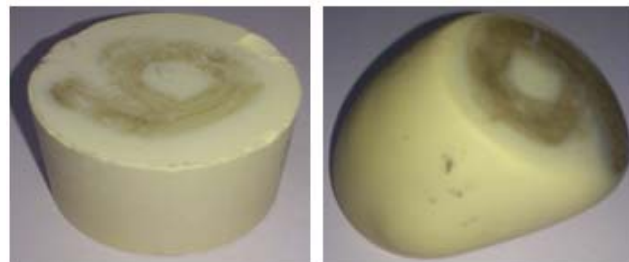


شکل ۱۴. تغییرات درصد فازهای ترکیب  $A_{80}Z_{20}$  در دماهای مختلف.

در ترکیب  $A_{65}Z_{35}$  با افزودن ۳۵ درصد زیرکن به آلومینا دیده می‌شود که در دمای ۱۵۵۰ زیرکن به طور کامل تجزیه شده و فازهای نهایی، کوراندوم (حدود ۱۷٪)، زیرکونیا (حدود ۲۸٪) و مولایت (حدود ۵۵٪) می‌باشد؛ در این ترکیب نیز با افزایش دمای سینتر هیچ تغییری در درصد و نوع فازهای نهایی حاصل نشد شکل‌های (۱۵) و (۱۶). پیک‌های XRD در هر سه دما یکسان است.



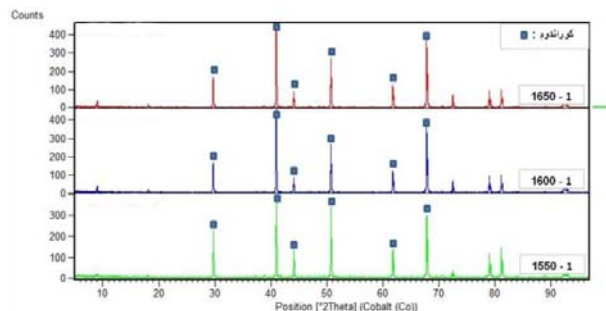
شکل ۱۵. XRD ترکیب  $A_{65}Z_{35}$  در دماهای ۱۵۵۰، ۱۶۰۰ و  $1650^{\circ}C$ .



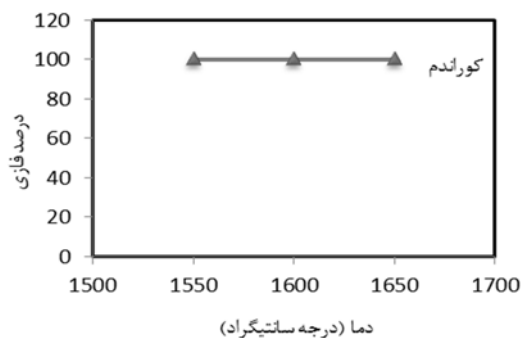
شکل ۱۰. قطعه مربوط به ترکیب  $Z_{85}A_{15}$  پس از سینتر در دماهای ۱۶۰۰ (سمت چپ) و ۱۶۵۰ درجه (سمت راست).

### ۳-۲- اثر افزودن زیرکن به آلومینا

بر اساس جدول ۳، در ترکیب  $A_{100}$  تنها آلومینا حضور دارد و در ترکیب‌های  $A_{80}Z_{20}$ ،  $A_{65}Z_{35}$  و  $A_{45}Z_{55}$  به ترتیب زیرکن با نسبت‌های ۲۰، ۳۵ و ۵۵ درصد اضافه شده است. شکل‌های (۱۱) و (۱۲) نشان می‌دهند که در هر سه دما، در ترکیب  $Z_{100}$  تنها آلومینا حضور دارد.



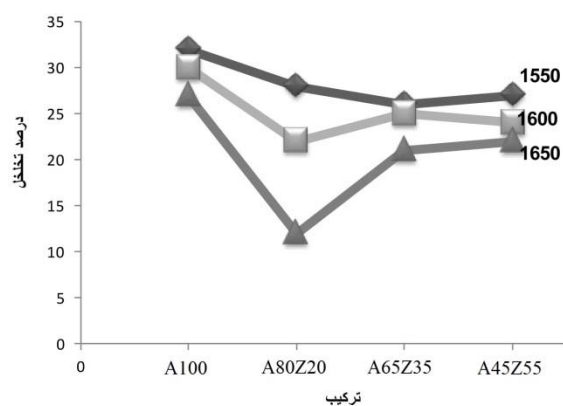
شکل ۱۱. XRD ترکیب  $Z_{100}$  در دماهای ۱۵۵۰، ۱۶۰۰ و  $1650^{\circ}C$ .



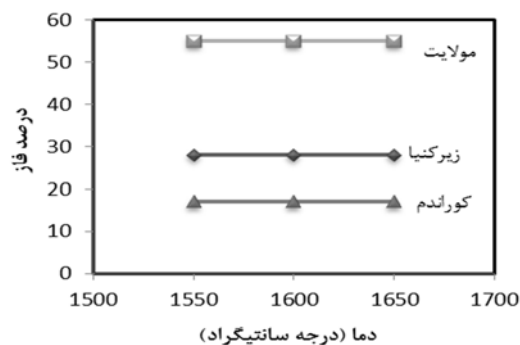
شکل ۱۲. تغییرات درصد فازهای ترکیب  $Z_{100}$  در دماهای مختلف.

شکل‌های (۱۳) و (۱۴) نشان می‌دهند که در ترکیب  $A_{80}Z_{20}$  در دمای ۱۵۵۰ درجه زیرکن به طور کامل تجزیه و فازهای مولایت (در حدود ۲۱٪) و زیرکونیا (در حدود ۱۰٪)





شکل ۱۷: تغییرات درصد تخلخل در دماهای مختلف.



شکل ۱۶: تغییرات درصد فازهای ترکیب A۶۵Z۳۵ در دماهای مختلف.

#### ۴- نتیجه گیری

در این پژوهش ترکیبات مختلفی از سیستم آلومینا-زیرکن انتخاب شد تا تأثیر دمای سینتر و نسبت مواد اولیه بر فازهای نهایی و درصد تشکیل هر فاز بررسی شود. نتایج نشان داد که با افزودن آلومینا به زیرکن، دمای تجزیه زیرکن کاهش یافت. افزایش دما موجب تجزیه بیشتر زیرکن و تشکیل مولایت بیشتر می شود. در ترکیباتی که درصد وزنی زیرکن غالب است، تجزیه زیرکن و تشکیل فازهای مولایت و زیرکینیا در دمای ۱۶۵۰ درجه تکمیل می شود؛ ولی در ترکیباتی که درصد وزنی آلومینا بر زیرکن غالب است، دمای تجزیه زیرکن به دمای ۱۵۵۰ درجه سانتیگراد کاهش می یابد. همچنین در این ترکیبات دما نقش چندانی بر تغییرات فازی و درصد فازهای تشکیل شده ندارد. در ترکیباتی که فاز زیرکن غالب است، سیلس به صورت فاز شیشه‌ای در فازهای نهایی باقی می ماند؛ در صورتی که درصد وزنی سیلیس بالا باشد، موجب بسته شدن تخلخل ها و به حداقل رسیدن جذب آب قطعات می شود.

#### مراجع

- Ruble, M., Heuer, A.H., Claussen, N., American Ceramic Society, Columbus OH, 2003, PP, 14-32.
- Naher, S., Haseeb, A.S.M.A., Journal of Materials Processing Technology, 172 (2006) 388-393.
- Gravie, R.C., Journal of Materials Science, 14 (1979) 817.
- Rendtorff, N., Garrido, L., Aglietti, E., Ceramics International, 35 (2009) 779-786.
- Zender, H., Leisstner, H., Searle, H., Interceramics, 39 (6) (1990) 33-36.
- Aksel, C., Ceramics International Elsevier Science, 29 (2003) 311-316.
- Orange, G., Fantozzi, G., Cambier, F., Leblud, C.,

ترکیب A۴۵Z۵۵ (ترکیب استوکیومتری آلومینا-زیرکن) که در بخش ۳-۱ در مورد آن بحث شد، در دمای ۱۵۵۰ درجه فاز زیرکن بسیار کم (حدود ۱۵٪) در ترکیب باقی مانده بود که با افزایش دما تا ۱۶۰۰ و ۱۶۵۰ درجه فازهای زیرکینیا و مولایت حضور داشتند. می توان نتیجه گرفت که در ترکیباتی که فاز غالب آن آلومینا باشد، زیرکن در دمای پایین تری تجزیه می شود. همچنین دما تأثیری در تشکیل فازهای حاصل و درصد آنها نداشته است.

شکل (۱۷) نشان می دهد در ترکیبات A۱۰۰، A۸۰Z۲۰، A۶۵Z۳۵ و A۴۵Z۵۵ با افزایش دمای سینتر تغییر چندانی در تخلخل نهایی قطعات دیده نمی شود زیرا هیچ تغییر فازی یا افزایش و کاهش چندانی در فازهای ایجاد شده روی نداده است. در ترکیب A۸۰Z۲۰ تخلخل به شدت کاهش یافته است؛ علت آن را می توان دو اثر متقابل حضور زیرکن دانست: ۱- تجزیه زیرکن و افزایش تخلخل در سیستم و ۲- پیشرفت سینتر. در این ترکیب اثر دوم غالب و کاهش تخلخل در سیستم دیده می شود [۱۴]. علت این امر همپوشانی واکنش و سینتر شدن است؛ به این صورت که درصد کم زیرکن در آلومینا به عنوان فاز کمک سینتر و اتصال دهنده عمل می کند و از طرفی تجزیه زیرکن به زیرکینیا و SiO<sub>2</sub> و تشکیل مولایت، با افزایش حجم همراه است. بنابراین در ترکیب A۸۰Z۲۰ به علت حضور مقدار کم زیرکن افزایش حجم و به دنبال آن افزایش تخلخل در اثر تغییر فاز کم است و با افزایش دما، زیرکن به سینتر شدن و کاهش تخلخل کمک کرده و تخلخل کاهش می یابد.





14. Mysem, B.O., The American Ceramics Society, 8 (1990) 188.
15. Shi, Y., Huang, X.X., Yen, D.S., Ceramic International Elsevier Science, 23 (5) (1997) 457-462.
16. Orange, G., Fantozzi, G., Cambier, F., Leblud, C., Anseau, M.R., Leriche, A., Journal of Materials Science, 20 (1985) 2533-2540.
16. Lathabai, S., Hay, D.G., Wagner, F., Claussen, N., Journal of the American Ceramic Society, 79 (1) (1996), 248-256.
17. Hannink, R.H.J., Journal of the American Ceramic Society
8. Anseau, M.R., Leriche, A., Journal of Materials Science, 20 (1985) 2533-2540.
9. Parkinson, D.E., Glass Technology, 29 (5) (1988), 173-176.
10. Jang, H.M., Cho, S.M., Kim, K.T., Journal of Materials Science, 32 (2) (1997) 503-511.
11. Mazzei, A.C., Rodrigues, J.A., Journal of Materials Science, 35 (11) (2000) 2807-2814.
12. Koyama, T., Hayashi, S., Yasumori, A., Okada, K., Schmucker, M., Schneider, H., Journal of the European Ceramic Society, 16 (2) (1996) 231-237.
13. Cemal A., Ceramics International, 29 (2003) 305-309.