

## Research Paper

# The Effects of Simultaneous Addition of Chromium Oxide ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) and Niobium Oxide ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ) on Microstructures and the Zirconia Phase Stability of $\text{Al}_2\text{O}_3$ -10% $\text{ZrO}_2$ Composite

\*Hossein Kharazmipoor<sup>1</sup>, Khalil Ranjbar<sup>2</sup>

1- MSc, Department of Materials Engineering and Metallurgy, Ahvaz branch, Islamic Azad University, Young Researchers and Elite Club, Ahvaz, Iran.

2- Professor, Department of Materials Engineering and Metallurgy, Shahid Chamran University, Ahvaz, Iran.

**Citation:** Kharazmipoor H, Ranjbar Kh. The Effects of Simultaneous Addition of Chromium Oxide ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) and Niobium Oxide ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ) on Microstructures and the Zirconia Phase Stability of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -10% $\text{ZrO}_2$  Composite. Metallurgical Engineering 2019; 21(4): 300-311 <http://dx.doi.org/10.22076/me.2019.86668.1192>

**doi** : <http://dx.doi.org/10.22076/me.2019.86668.1192>

## ABSTRACT

The present research aimed to study the effects of simultaneous and separate addition of niobium oxide and chromium oxide on microstructures, the tetragonal zirconia phase stability, and sintered density of alumina-zirconia composite. The powder metallurgy method was used to prepare the powder of desired composites. To this end, alumina and zirconia powders (with a constant weight of 10%) were used as the main materials and 1% niobium oxide and 0.6% chromium oxide powders were applied as additives. Powdered composite samples were centrally pressurized into a mold and then were sintered at 1300-1500°C. The phases were identified using the X-ray diffraction and microstructures were studied by a scanning electron microscope. Sintered density, hardness, grain size, and the number of zirconia phases were also calculated. The results showed that hardness and sintered density substantially increase with the addition of niobium oxide and chromium oxide, as the density and hardness of the sample containing 1% niobium oxide and 0.6% chromium oxide powders were obtained 3.72 g/cm<sup>3</sup> and 1263 HV, respectively. The density and hardness of samples increased with the addition of niobium oxide and chromium oxide. In addition, the simultaneous addition of niobium oxide and chromium oxide to alumina-zirconia composite reduced the sintering temperature by 100°C. The alumina grain size increased with the addition of a certain weight percent of niobium oxide and chromium oxide. However, the effects of niobium oxide were greater, as it caused the growth of alumina grains and instability of the tetragonal zirconia phase.

**Keywords:** alumina-zirconia composite, chromium oxide, niobium oxide, tetragonal phase, sinter.

■ ..... ■  
**\* Corresponding Author:**

**Hossein Kharazmipoor, MSc.**

**Address:** Department of Materials Engineering and Metallurgy, Ahvaz branch, Islamic Azad University, Young Researchers and Elite Club, Ahvaz, Iran.

**Tel:** +98 (9163056729)

**E-mail:** [hossienkharazmipoor953@gmail.com](mailto:hossienkharazmipoor953@gmail.com)

# تأثیر افزودن هم‌زمان اکسیدهای $(\text{Nb}_2\text{O}_5, \text{Cr}_2\text{O}_3)$ بر ریزساختار و پایداری فاز زیرکونیا در کامپوزیت $\text{Al}_2\text{O}_3-10\%\text{ZrO}_2$

\*حسین خوارزمی پور<sup>۱</sup>، خلیل رنجبر<sup>۲</sup>

۱- کارشناس ارشد، گروه مهندسی مواد و متالورژی، واحد اهواز، دانشگاه آزاد اسلامی، باشگاه پژوهشگران جوان و نخبگان، اهواز، ایران.  
 ۲- استاد، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه شهید چمران، اهواز، ایران.

## چکیده

در این تحقیق تأثیر افزودن هم‌زمان و جداگانه اکسیدهای نیوبیوم و کروم بر ریزساختار، پایداری فاز تتراگونال زیرکونیا و چگالی سینتر کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا مورد مطالعه قرار گرفت. از روش متالوژی پودر برای تهیه پودر کامپوزیت‌های مربوطه استفاده گردید. بدین منظور از پودرهای آلومینا و زیرکونیا (با ۱۰ درصد وزنی ثابت) به‌عنوان مواد اصلی و از پودرهای اکسیدنیوبیوم ۱ درصد وزنی و اکسیدکروم ۰/۶ درصد وزنی به‌عنوان عناصر افزودنی استفاده شد. نمونه‌های پودری کامپوزیت‌ها به‌صورت محوری تحت فشار درون قالب قرار گرفته و سپس در دمای ۱۳۰۰ تا ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد در محیط هوا سینتر شدند. در شناسایی فازها از پراش اشعه ایکس و برای بررسی ریزساختارها از میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده شد. چگالی سینتر، سختی، اندازه دانه و میزان فازهای زیرکونیا محاسبه گردید. بررسی‌ها و نتایج آزمون‌ها نشان داد که سختی و چگالی سینتر با افزودن اکسیدهای نیوبیوم و کروم افزایش قابل‌ملاحظه‌ای پیدا کرده است و چگالی و سختی نمونه‌ای که دارای ۱ درصد وزنی اکسید نیوبیوم و ۰/۶ درصد وزنی اکسیدکروم است به ترتیب برابر با  $3/72 \text{ g/cm}^3$  و  $1263 \text{ HV}$  به دست آمد. چگالی و سختی نمونه‌ها با افزودن اکسیدهای نیوبیوم و کروم افزایش و افزودن هم‌زمان اکسیدهای نیوبیوم و کروم به نمونه آلومینا-زیرکونیا دمای سینتر حدود ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد کاهش یافت. اندازه دانه‌های آلومینا با افزودن ۱ درصد وزنی از اکسیدهای نیوبیوم و کروم افزایش یافت. در این میان تأثیر اکسید نیوبیوم بسیار شدیدتر بوده و موجب رشد دانه‌های زمینه آلومینا و همچنین ناپایداری فاز تتراگونال زیرکونیا نیز شده است.

**واژه‌های کلیدی:** کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا، اکسیدکروم، اکسیدنیوبیوم، سینتر، فاز تتراگونال.

## ۱. مقدمه

در سال‌های اخیر حجم قابل‌توجهی از کارهای تحقیقاتی در زمینه خواص مکانیکی سرامیک‌ها به کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا معطوف شده است. خواص سرامیک‌های آلومینایی باعث شده که آن‌ها نماینده خوبی برای ابزارهای برشی خصوصاً در دمای بالا به‌حساب آیند [۱-۲]. آلومینا یکی از معروف‌ترین سرامیک‌ها و درعین‌حال دارای جذاب‌ترین خواص هم‌چون سختی در دمای بالا، مقاومت سایشی بالا هست اما چقرمگی شکست آن پایین است. مشکل چقرمگی کم در سرامیک را می‌توان با طراحی و آماده‌سازی مواد کامپوزیت تقویت شده با ذرات، با فاز یکسان از زمینه یا یک‌فاز متفاوت اما مناسب بهبود داد. جهت بهبود مقاومت شکست آلومینا از سرامیک‌های سریا، زیرکونیا، نقره استفاده می‌شود [۱-۳]. کامپوزیت‌های آلومینا-زیرکونیا باهدف جانشینی سرامیک‌های آلومینا در کاربردهایی که احتیاج به چقرمگی شکست بالاتری دارند

طراحی شده‌اند [۴-۵]. آلومینا-زیرکونیا کامپوزیت‌های دوتایی که در آن زیرکونیا به زمینه آلومینا به‌عنوان یک‌فاز دوم اضافه شده است. زیرکونیا دارای سه اشکال کریستالوگرافی است که عبارت‌اند از: فازهای مونوکلینیک، تتراگونال، مکعبی [۶]. فازهای تتراگونال و مکعبی زیرکونیا را می‌توان با افزودن بعضی از اکسیدها به‌صورت جزئی و یا کامل در دمای اتاق پایدار ساخت. از ویژگی‌های منحصربه‌فرد استحاله تتراگونال به مونوکلینیک می‌توان به‌صورت کنترل شده برای بهبود چقرمگی زیرکونیا و همچنین کامپوزیت‌های مربوطه استفاده کرد. این استحاله همراه است با افزایش حجم و کرنش فشاری قابل‌توجه در حین سرد کردن که موجب بستن شدن دهانه ترک در حال پیشروی شده و حرکت آن را محدود می‌کند. استحاله تتراگونال به مونوکلینیک تحت تنش نیز اتفاق افتاده و از آن به‌عنوان یکی از مکانیزم‌های اصلی بهبود چقرمگی اسم می‌برند (stress induced transformation toughening) [۲]. بعلاوه این استحاله موجب ایجاد ریزترک‌ها و همچنین

\* نویسنده مسئول:

مهندس حسین خوارزمی پور

نشانی: اهواز، دانشگاه آزاد اسلامی واحد اهواز، گروه مهندسی مواد و متالورژی، باشگاه پژوهشگران جوان و نخبگان.

تلفن: (۹۱۶۳۰۵۶۷۲۹) ۹۸+

پست الکترونیکی: hossienkharazmipoor953@gmail.com

می‌باشد [۱۰ و ۱۱]. خواصی همچون چقرمگی و سختی بیش از هر خواص دیگر در کامپوزیت‌های آلومینا-زیرکونیا مورد توجه واقع شده‌اند. خواص ریزساختاری این مواد به صورت گسترده به فرآیند تولید این مواد بستگی دارد و معمولاً برای تولید این کامپوزیت‌ها از فرآیند سینتر استفاده می‌شود [۱۰ و ۱۱-۲]. افزودن عناصری مثل اکسید نیوبیوم، چگالی سینتر را بهبود داده درحالی‌که اکسیدهای مثل اکسید کروم بر روی سختی نیز تأثیر دارند. این‌گونه افزودنی‌ها هم‌چنین روی پایداری فازی زیرکونیا نیز تأثیر گذاشته و نهایتاً خواص مکانیکی را تحت تأثیر قرار می‌دهند [۱۰ و ۱۱]. بررسی مطالعات گذشته نشان می‌دهد که تأثیر افزودن این دو اکسید مهم بر ریزساختار و پایداری فازی تتراگونال زیرکونیا صورت نگرفته است. لذا، در این تحقیق تأثیر افزودن اکسید نیوبیوم و اکسید کروم به صورت تنها و به صورت ترکیبی بر ریزساختار، چگالی سینتر و پایداری فاز زیرکونیا در کامپوزیت Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-10%ZrO<sub>2</sub> مورد بررسی قرار گرفت.

## ۲. مواد و روش تحقیق

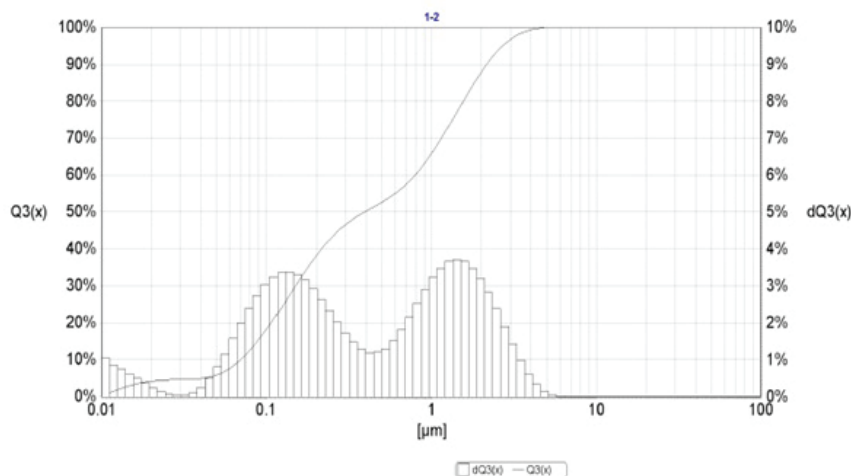
مواد اولیه استفاده‌شده در این تحقیق شامل پودر آلومینا (اندازه ذرات ۵ میکرون، خلوص ۹۹/۷ درصد، لب‌کم، هند)، پودر زیرکونیا (اندازه ذرات ۲ میکرون، خلوص ۹۹/۷ درصد، آکوفیت، چین) با درصد وزنی ثابت برابر با ۱۰ درصدوزنی برای تمام نمونه‌ها استفاده شد. اکسید کروم (اندازه ذرات ۵ میکرون، خلوص ۹۹/۷ درصد، آکوفیت، چین) برابر با ۰/۶ درصدوزنی و اکسید نیوبیوم (اندازه ذرات ۳ میکرون، خلوص ۹۹/۷ درصد، مرک، آلمان) برابر با ۱ درصدوزنی به کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا اضافه می‌شود. همچنین از اتیلن گلیکول با فرمول شیمیایی (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>) برای مترکم سازی پودرها در هنگام تولید نمونه‌های خام اولیه استفاده شده است. از اسید استارئیک و استون برای روانکاری در طی آماده‌سازی نمونه قرصی شکل در عملیات پرس کاری استفاده می‌شود. ترکیب شیمیایی نمونه‌های اولیه تهیه‌شده در جدول ۱ نشان داده شده است.

آسیاب مورد استفاده در این تحقیق از نوع آسیاب سیاره‌ای پرانرژی دارای دو ظرف، ساخت ایران، اصفهان، مدل Sepahan 84D بود. جهت بهبود در امر آسیاب کاری و یکنواخت شدن همگن سازی از گلوله‌های فولادی با اندازه‌های مختلف ۸، ۱۶،

انحراف ترک نیز می‌گردد [۲]. لذا در کنار خواص مطلوب آلومینا مثل سختی بالا و مقاومت شیمیایی و حرارتی آن، در حضور زیرکونیا چقرمگی آن بهبود یافته و کاربرد آن دوچندان می‌شود. در سال ۲۰۰۰ ریو و همکارانش [۷] در مطالعات خود اثر افزودن اکسید کروم را به نمونه آلومینا بررسی و نشان دادند که سختی و چگالی نمونه‌ها افزایش می‌یابد. در سال ۲۰۱۰ احمد اظهار و همکارانش [۸] در مطالعات خود اثر اکسید منیزیم بر روی کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا بررسی کردند و نشان دادند افزودن اکسید منیزیم بر روی چگالی و سختی نمونه‌های کامپوزیت سینتر شده باعث افزایش این خواص می‌شود. در سال ۲۰۱۱ احمد اظهار و همکارانش [۱] در مطالعات خود اثر اکسید کروم بر روی کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا بررسی کردند و نشان دادند افزودن اکسید کروم سختی و چقرمگی را به دلیل تشکیل محلول جامد افزایش می‌دهد و همچنین درصد پایداری فاز تتراگونال با افزایش اکسید کروم افزایش می‌یابد. در سال ۲۰۱۶ هنیسا و همکارانش [۹] نشان دادند که افزودن هم‌زمان اکسید کروم و اکسید تیتانیوم به نمونه آلومینا-زیرکونیا باعث افزایش سختی و چگالی نمونه‌ها شده است. یانگ و همکارانش [۱۰] در سال ۲۰۰۸ با بررسی اثر اکسید نیوبیوم روی سرامیک‌های آلومینایی نشان دادند با افزایش درصد وزنی اکسید نیوبیوم چگالی نمونه‌ها و اندازه دانه آلومینا افزایش می‌یابد. در سال ۲۰۱۴ حسن و همکارانش [۱۱] در مطالعات خود اثر اکسید نیوبیوم بر روی سرامیک‌های آلومینایی بررسی کردند و نشان دادند که با افزایش درصد وزنی اکسید نیوبیوم سختی، چقرمگی و چگالی نمونه سینتر شده افزایش و باعث کاهش تخلخل می‌شود و همچنین با افزایش دمای سینتر چگالی را افزایش و تخلخل نمونه‌ها را کاهش می‌دهد. در سال ۲۰۱۵ حسن و همکارانش [۶] در مطالعات خود اثر اکسید نیوبیوم بر روی کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا بررسی کردند و نشان دادند افزودن اکسید نیوبیوم علاوه بر اینکه چگالی سینتر را بهتر می‌کند، سختی و چقرمگی را نیز افزایش می‌دهد. زمان مناسب برای سینتر و سرعت سرد کردن از عواملی می‌باشد که بر خواص نهایی این کامپوزیت‌ها تأثیر بسیاری دارد. خواص نهایی کامپوزیت‌های آلومینا-زیرکونیا بستگی به نوع فاز زیرکونیا، اندازه دانه‌های زمینه و چگالی سینتر دارد و این متغیرها با افزودن مواد کمکی قابل کنترل و طراحی

جدول ۱. ترکیب شیمیایی نمونه‌های کامپوزیتی

Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (wt %)	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (wt %)	ZrO <sub>2</sub> (wt %)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (wt %)	نمونه
-	-	۱۰	۹۰	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + ZrO <sub>2</sub> (ZTA)
۰/۶	-	۱۰	۸۹/۴	ZTA+ Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
-	۱	۱۰	۸۹	ZTA+ Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
۰/۶	۱	۱۰	۸۸/۴	ZTA+(Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )



شکل ۱. نمودار آنالیز اندازه ذرات آلومینا-زیرکونیا.

نمونه‌ها پس از فرایند پولیش در محلول ۰/۵ درصد اسید فلئوئوریدریک (HF) به مدت ۱۵ ثانیه اچ شدند. به منظور بررسی ریزساختار نمونه‌ها سینتر شده و مورفولوژی فازهای به‌دست‌آمده از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل VEGA\TESCAN-LMU استفاده شد و به‌منظور تعیین دقیق‌تر ترکیب شیمیایی از آنالیز عنصری (EDS) استفاده شد تا عناصر موجود در ترکیب هر نمونه مشخص شود. به‌منظور تعیین سختی از روش سختی سنجی ویکرز با استفاده از دستگاه سختی سنج مدل Wilson Wolpert UH930 استفاده گردید. آزمون سختی توسط اعمال نیروی ۳۰ کیلوگرم انجام شد و برای هر نمونه در سه نقطه سختی سنجی صورت گرفت که درنهایت، میانگین عدد به‌دست‌آمده به‌عنوان سختی نمونه‌ها در نظر گرفته شد. برای محاسبه میانگین اندازه دانه در دمای ۱۵۰۰ از نرم‌افزار Image Analyzer استفاده گردید. با استفاده از پراش اشعه ایکس برای ارزیابی مقدار فاز مونوکلینیک و تتراگونال به ترتیب از رابطه ۲ و ۳ استفاده می‌شود. در اینجا  $X_m$  کسر وزنی مونوکلینیک،  $X_t$  کسر وزنی تتراگونال،  $I_m$  و  $I_t$  به ترتیب اشاره به شدت پیک‌های فازهای مونوکلینیک و تتراگونال دارد [۱۴ و ۱۳].

معادله ۲.

$$X_m = \frac{I(111)_m + I\left(\bar{1}\bar{1}\bar{1}\right)_m}{I(111)_m + I\left(\bar{1}\bar{1}\bar{1}\right)_m + I(101)_t}$$

معادله ۳.

$$X_t = \frac{I(101)_t}{I(101)_t + I(111)_m + I\left(\bar{1}\bar{1}\bar{1}\right)_m}$$

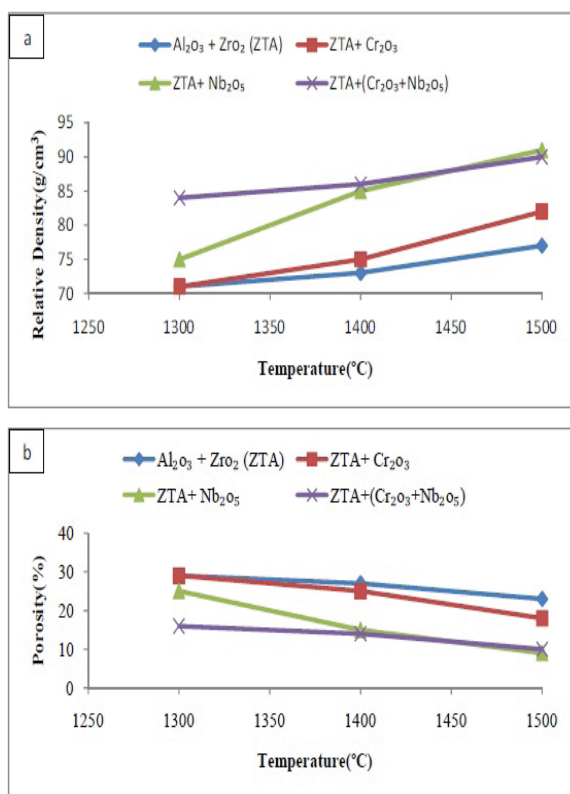
۲۲ میلی‌متر و نسبت وزنی گلوله به پودر ۱:۲۰ استفاده گردید. سرعت چرخش بهینه در این آسیاب برای این تحقیق ۴۰۰ rpm تنظیم شد و زمان بهینه آسیاب را بر روی ۱۲ ساعت تنظیم و انتخاب گردید تا بهترین اندازه ذرات مخلوط پودر اولیه کامپوزیت به دست آید. آنالیز اندازه ذره این پودرها گرفته شد که در شکل ۱ قابل مشاهده است. نمودار اندازه ذره پودرها دو کوهانه بوده و دارای دو اندازه متمایز ولی نزدیک به هم یعنی بخشی از پودرها کوچک‌تر از ۰/۱ و بخشی کوچک‌تر از ۱ میکرون هستند. جهت چسبندگی بهتر پودرها از اتیلن گلیکول استفاده شد و با اعمال فشار ۳۰۰ مگاپاسگال نمونه‌های استوانه‌ای شکل با قطر ۱۰ میلی‌متر متراکم شدند. نمونه‌های به‌دست‌آمده در سه دمای ۱۳۰۰، ۱۴۰۰ و ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت دو ساعت با نرخ گرمایش ۱۰ درجه بر دقیقه در کوره الکتریکی مدل Amagams عملیات حرارتی گردیدند. پس از فرآیند گرمایش، کوره خاموش و نمونه‌ها درون کوره تا دمای اتاق در اتمسفر هوا سرد شدند.

اندازه‌گیری چگالی نمونه‌ها قبل از سینتر به روش ابعادی محاسبه گردید و محاسبه چگالی و تخلخل نمونه‌ها سینتر شده به روش ارشمیدس، مطابق با استاندارد (ASTM C373) انجام شد چگالی نسبی که از تقسیم چگالی سینتر (چگالی نمونه‌های سینتر شده به روش ارشمیدس) بر چگالی تئوری به دست می‌آید محاسبه می‌شود. برای محاسبه چگالی تئوری نمونه‌های کامپوزیتی باید از رابطه ۱ استفاده کرد [۱۲]. که در آن  $\rho_{th}$  چگالی تئوری،  $X$  کسر وزنی آلومینا،  $Y$  کسر وزنی زیرکونیا،  $K$  کسر وزنی اکسید نیوبوم و  $N$  کسر وزنی اکسید کروم است.

معادله ۱.

$$\rho_{th} = \frac{100}{\left(\frac{X}{3.96}\right) + \left(\frac{Y}{5.68}\right) + \left(\frac{K}{5.22}\right) + \left(\frac{N}{4.60}\right)}$$

### ۳. نتایج و بحث



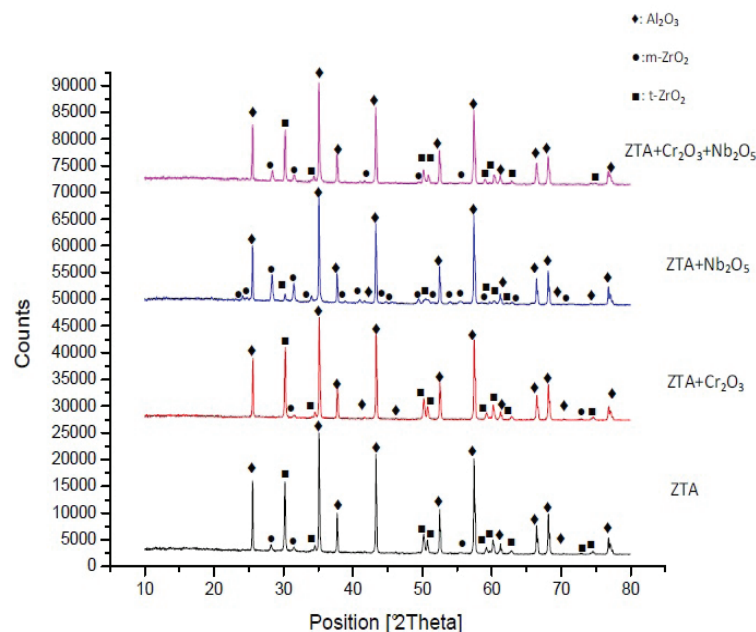
شکل ۲. (a) چگالی نسبی (b) تخلخل نمونه‌ها برحسب دماهای مختلف.

را ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد کاهش می‌دهد و کمترین تخلخل را نمونه آلومینا-زیرکونیا-اکسید نیویوم دارد (۹ درصد) و بیشترین تخلخل را نمونه خالص آلومینا-زیرکونیا برابر با ۲۳ درصد را دارا می‌باشد.

الگو پراش اشعه ایکس نمونه‌های سینتر شده در شکل ۳ نشان داده شده است. در تمام نمونه‌ها فاز زیرکونیا به دو صورت تتراگونال و مونوکلینیک قابل مشاهده است. همان‌طور که در جدول شماره ۲ نشان داده شده است درصد فاز تتراگونال و مونوکلینیک در نمونه آلومینا-زیرکونیا برابر با ۸۸/۸۵ و ۱۱/۱۵ درصد است و اندازه ذره زیرکونیا نیز برابر با ۰/۲ میکرون می‌باشد. میانگین اندازه ذرات زیرکونیا در ترکیبات مختلف در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد از روی ریزساختار نمونه‌ها که در شکل ۵ نشان داده شده محاسبه گردید. در اثر افزودن اکسید کروم به نمونه آلومینا-زیرکونیا درصد کسر وزنی تتراگونال ۰/۰۹ درصد افزایش یافته و به ۹۷/۳۹ درصد می‌رسد و درصد وزنی فاز مونوکلینیک تا ۲/۶۱ درصد کاهش می‌یابد که مطابق با نتایجی که توسط احمد اظهر و همکارانش [۱] انجام دادند هست که نشان دادند با افزودن اکسید کروم به نمونه‌ها درصد فاز تتراگونال افزایش می‌یابد. اندازه ذرات زیرکونیا نیز در اثر افزودن اکسید کروم به کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا تا ۰/۱۹ میکرون کاهش یافت. هر چه اندازه ذرات فاز زیرکونیا کوچک‌تر باشد درصد فاز زیرکونیا تتراگونال بیشتر و پایدارتر است. به عبارت دیگر اکسید کروم

همان‌طور که در شکل (۲a) مشاهده می‌شود چگالی نسبی تمام نمونه‌ها با افزایش دما افزایش می‌یابد و دما تأثیر بسزایی بر سینتر نمونه می‌گذارد. افزودن اکسیدهای نیویوم و کروم به کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا خالص چگالی افزایش می‌یابد. زمانی که به کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا، اکسید کروم افزوده شود تأثیر سینتر بهتر می‌گردد که این را می‌توان از چگالی کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا که برابر با ۳/۱۷ g/cm<sup>3</sup> و چگالی آلومینا-زیرکونیا-اکسید کروم برابر با ۳/۳۹ g/cm<sup>3</sup> است متوجه شد. با افزودن یک درصد وزنی اکسید نیویوم چگالی نمونه افزایش بسزایی پیدا می‌کند و بیشترین چگالی نمونه حدود ۳/۷۵ g/cm<sup>3</sup> در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد به دست آمد. با توجه به نمودار تعادلی آلومینا-نیویوم انتظار تشکیل یک‌فاز مایع در طول فرآیند سینتر می‌رود و فشردگی می‌تواند از طریق این فاز مایع در مرزخانه رخ دهد و چگالی افزایش می‌یابد [۱۷-۱۵]. زمانی که اکسید نیویوم همانند یک محلول جامد در آلومینا حل گردد، منجر به تشکیل یک محلول جامد می‌گردد که حضور این فاز نقش تعیین‌کننده در سینتر دارد. این فاز همانند فاز مایع در مرزخانه‌های آلومینا قرار می‌گیرد و بانفوذ به درون منافذ و پر کردن آن‌ها علاوه بر افزایش چگالی باعث چسبندگی بین دانه‌ها می‌شود و مرزخانه‌های زمینه سرامیکی را تقویت می‌کند [۱۷ و ۱۱].

با توجه به شکل (۲a) افزودن هم‌زمان اکسیدهای کروم و نیویوم به کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا فشرده‌سازی نمونه آلومینا-زیرکونیا بهتر انجام می‌شود و بیشترین چگالی نمونه در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد و در حدود ۳/۷۲ g/cm<sup>3</sup> به دست می‌آید. افزودن اکسید نیویوم رفتار فشرده‌سازی زمینه آلومینا را بهبود می‌بخشد که به دلیل شباهت شعاع یونی، یون‌های Al<sup>3+</sup> و Nb<sup>5+</sup> است که نفوذ یون‌ها را در امتداد مرزخانه تسهیل می‌کند و در نتیجه منافذ جاهای خالی کاهش می‌یابد و با افزایش این عناصر مخصوصاً اکسید نیویوم که بانفوذ درون این منافذ تخلخل را کاهش و چگالی را افزایش خواهد داد [۶]. اثر درجه حرارت سینتر روی چگالی نسبی و تخلخل کامپوزیت‌ها در شکل (۲b,a) نشان داده شده است. شکل رابطه مثبت بین تأثیر اکسید نیویوم و اکسید کروم بر چگالی نسبی کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا را نشان می‌دهد. با افزایش درجه حرارت و افزودن اکسیدهای نیویوم و کروم چگالی جسم‌ها افزایش و باعث کاهش تخلخل می‌شود و این نتایج مطابق با نتایج کارهای حسن و همکارانش [۶] و احمد اظهر و همکارانش [۱] است. بنابراین چگالی نسبی کامپوزیتی که به‌طور هم‌زمان دارای اکسیدهای نیویوم و کروم است در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد مربوط به نمونه‌ای که دارای ۰/۶ درصد وزنی اکسید کروم و ۱ درصد وزنی اکسید نیویوم است برابر با ۹۰ درصد است. افزودن هم‌زمان اکسیدهای کروم و نیویوم دمای سینتر نمونه آلومینا-زیرکونیا خالص



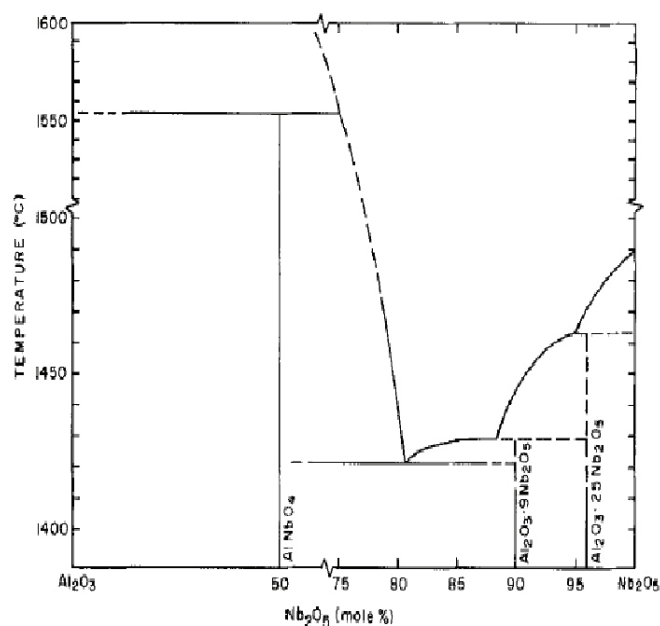
شکل ۳. الگوهای پراش نمونه‌های سینتر شده در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد.

کاهش اندک و نسبی شدت پیکها نمونه آلومینا-زیرکونیا در حضور اکسیدنیوبیوم می‌تواند ناشی از تأثیر اکسیدنیوبیوم و تشکیل فاز مایع باشد. این نتیجه (تشکیل فاز مایع) در نتایج چگالی سینتر و اندازه دانه‌های زمینه کاملاً مشهود است. به عبارت دیگر با توجه به تشکیل فاز مایع جزئی در مرز دانه‌های زمینه یعنی تشکیل فاز آمورف موجب کاهش نسبی شدت پیکها شده است. با توجه به میزان اضافه شدن اکسیدنیوبیوم به نمونه و با توجه به شکل ۴، نمودار آلومینا-اکسیدنیوبیوم امکان تشکیل فاز  $AlNbO_4$  به میزان خیلی کمی وجود دارد و امکان تشخیص به وسیله XRD وجود نداشت که مطابق با نتایج کارهای قبلی که توسط حسن و همکارانش [۱۱] و یانگ و همکارانش [۱۰] انجام دادند هست. در اثر افزودن هم‌زمان اکسیدهای کروم و نیوبیوم به نمونه آلومینا-زیرکونیا درصد فاز تتراگونال نسبت به آلومینا-زیرکونیا خالص کاهش و درصد حجمی مونوکلینیک و درصد کسر وزنی مونوکلینیک افزایش می‌یابد دلیل اصلی این تغییرات فازها اندازه ذرات زیرکونیا

پایدارکننده فاز تتراگونال در ساختار است. زمانی که اکسید نیوبیوم به نمونه آلومینا-زیرکونیا اضافه می‌شود درصد کسر وزنی فاز تتراگونال کاهش شدیدی پیدا می‌کند و به ۱۴/۱۵ درصد می‌رسد که حدود ۸۴ درصد کاهش نسبت به کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا خالص دارد و درصد وزنی مونوکلینیک به ۸۵/۸۵ درصد رسید، که مطابق با نتایج کارهای قبلی که توسط حسن و همکارانش [۶]، گیم و همکارانش [۱۸]، لانگ و همکارانش [۱۹] انجام دادند هست که نشان دادند در اثر افزودن اکسیدنیوبیوم به نمونه درصد فاز تتراگونال کاهش می‌یابد و درصد فاز مونوکلینیک افزایش پیدا می‌کند، این کاهش شدید را به افزایش اندازه ذرات زیرکونیا نسبت داد که به حدود ۰/۷ میکرون می‌رسد. بنابراین، ریز شدن اندازه زیرکونیا به عنوان عاملی برای پایداری فاز تتراگونال و افزایش مقدار آن در نمونه‌ها بشمار می‌رود. افزایش اندازه ذرات زیرکونیا تتراگونال منجر به کاهش پایداری آن و تسریع دگرگونی تتراگونال به مونوکلینیک در اثر سرد شدن می‌شود.

جدول ۲. نتایج آنالیز فازی به دست آمده توسط XRD

اندازه دانه زیرکونیا ( $\mu\text{m}$ )	چگالی دمای ( $^{\circ}\text{C}$ )	کسر حجمی مونوکلینیک ( $V_m\%$ )	کسر وزنی مونوکلینیک ( $X_m\%$ )	کسر وزنی تتراگونال ( $X_t\%$ )	نمونه
۰/۲۲	۳/۱۷	۳/۲۷	۱۱/۱۵	۸۸/۸۵	$Al_2O_3 + ZrO_2$ (ZTA)
۰/۱۹	۳/۳۹	۱/۸۹	۲/۶۱	۹۷/۳۹	ZTA+ $Cr_2O_3$
۰/۷	۳/۷۵	۴/۱	۸۵/۸۵	۱۴/۱۵	ZTA+ $Nb_2O_5$
۰/۳۴	۳/۷۲	۳/۶۵	۲۰/۷۶	۷۹/۲۴	ZTA+( $Cr_2O_3+Nb_2O_5$ )

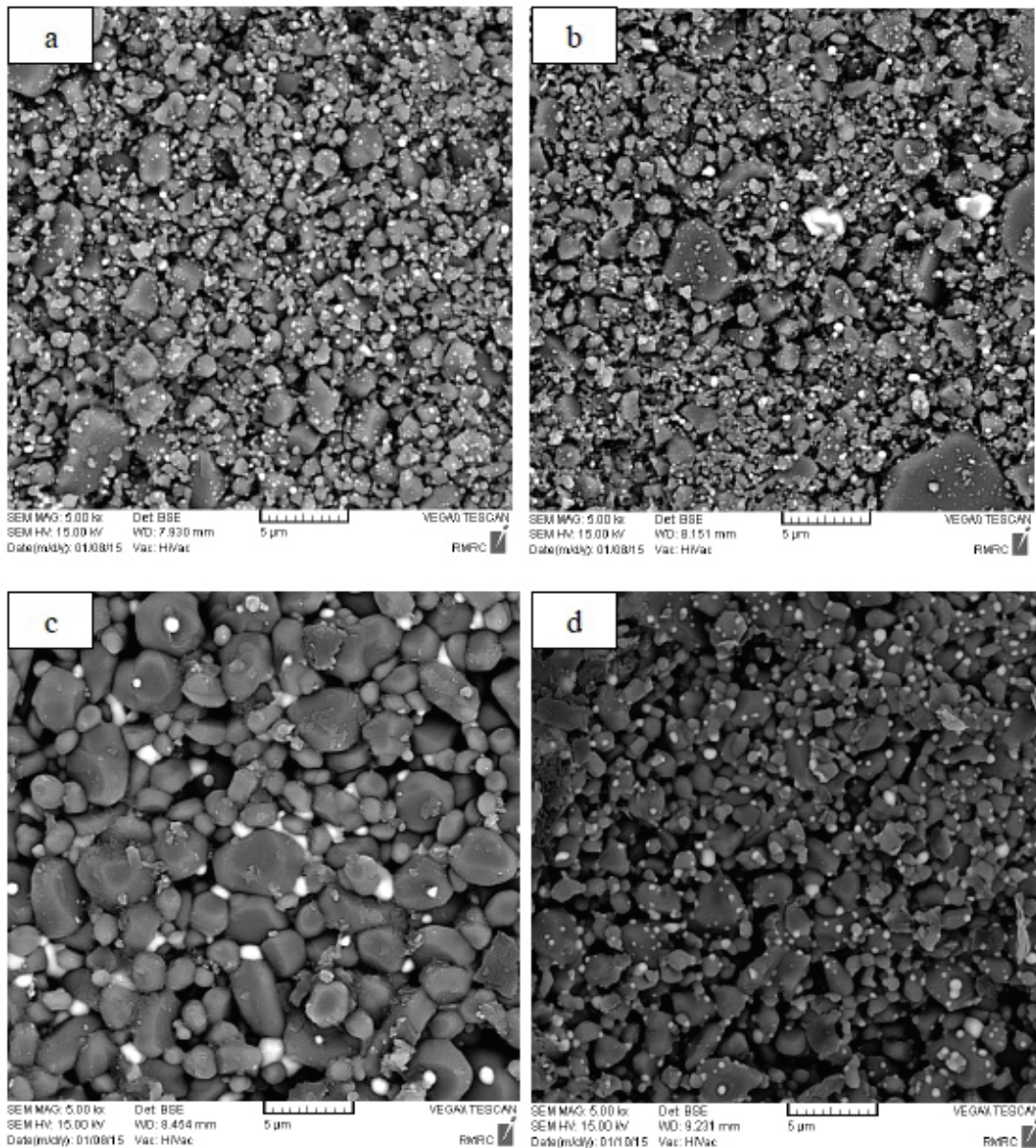


شکل ۴. نمودار تعادلی  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Nb}_2\text{O}_5$

محلول جامد هم والانس زمانی اتفاق می‌افتد که یک اتم یا یون جانشین یک اتم یا یون با بار الکتریکی یکسان در ساختار منشأ شود [۲۱]. تصاویر SEM نمونه آلومینا-زیرکونیا-کروم در شکل (۵b) نشان داده شده و دانه‌های آلومینا و زیرکونیا به خوبی در میان یکدیگر توزیع شدند. رشد بیش از حد بعضی از دانه‌های آلومینا ناشی از به هم آمیختگی دانه است که به مهاجرت مرز دانه مرتبط است. شکل (۵c) تأثیر اکسید نیوبیوم را روی آلومینا-زیرکونیا نشان می‌دهد همان‌طور که اشاره شد افزودن اکسید نیوبیوم باعث می‌شود زمینه آلومینا رفتار فشرده‌سازی (چگالش) بهتری از خود نشان دهد که مکانیزم این فشرده‌سازی به این صورت انجام می‌شود. از یک طرف شباهت شعاع یونی، یون‌های  $\text{Al}^{3+}$  و  $\text{Nb}^{5+}$  است که نفوذ یون‌ها در امتداد مرز دانه تسریع می‌کند و از طرف دیگر یون‌های  $\text{Nb}^{5+}$  رفتار شبیه به یون آهن ( $\text{Fe}^{3+}$ ) دارد که هر دوی آنها رفتار مشابه‌ای در زمان سینتر کردن زیرکونیا دارند. گوا و شیائو [۲۳] نشان دادند که افزودن مقدار کمی اکسید آهن ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) نرخ فشرده‌سازی نمونه‌های زیرکونیا را افزایش یافته است. که این افزایش در نرخ فشرده‌سازی از جسم حاوی یون‌های  $\text{Fe}^{3+}$  به دلیل افزایش در ضریب نفوذ  $\text{Zr}^{4+}$  است. بر این اساس، یون  $\text{Nb}^{5+}$  داخل ساختار دانه زیرکونیا منجر به تشکیل نقص خواهد شد. بنابراین، شبیه به رفتار یون درون زیرکونیا، بخصوص نواقص ناشی از افزودن یون‌های  $\text{Nb}^{5+}$  نرخ نفوذ یون‌های  $\text{Zr}^{4+}$  را بالا می‌برد [۲۴-۲۵]. یون‌های  $\text{Nb}^{5+}$  ممکن است جایگزین یون‌های  $\text{Zr}^{4+}$  که منجر به جای خالی کاتیون بشوند. چنانکه نفوذ جای خالی مهاجرت یون  $\text{Nb}^{5+}$ ، در طول سینتر افزایش و میزان نفوذ را در طول سینتر تسریع می‌کند. ضریب نفوذ به انرژی فعال‌سازی بستگی

می‌باشد. بنابراین، ریز شدن اندازه زیرکونیا به‌عنوان عاملی برای پایداری فاز تتراگونال و افزایش مقدار آن در نمونه‌ها بشمار می‌رود. افزایش اندازه ذرات زیرکونیای تتراگونال منجر به کاهش پایداری آن و تسریع دگرگونی تتراگونال به مونوکلینیک در اثر سرد شدن می‌شود.

شکل ۵ تصاویر SEM نمونه‌ها را نشان می‌دهد که در تمام آن‌ها توزیع و پراکندگی مناسب ذرات فازهای افزودنی در زمینه هر ساختار دیده می‌شود. شکل (۵a) نمونه آلومینا-زیرکونیا نشان داده که نقاط تیره رنگ دانه‌های آلومینا و نقاط سفید رنگ ذرات زیرکونیا هستند ذرات زیرکونیا در موقعیت بین‌دانه‌ای و درون‌دانه‌ای در ساختار قرار گرفته است. در اثر افزودن اکسید کروم به کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا تأثیر کاملاً متفاوتی دارد این را می‌توان در شکل (۵b) به خوبی مشاهده کرد. زمانی که به کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا اکسید کروم افزوده شود تأثیر سینتر بهتر می‌شود که این را می‌توان از چگالی آلومینا-زیرکونیا که برابر با ۳/۱۷ گرم بر سانتیمتر مکعب و چگالی آلومینا-زیرکونیا-کرومیا برابر با ۳/۳۹ گرم بر سانتیمتر مکعب است متوجه شد، اما همان‌طور که می‌توان در شکل (۵b) مشاهده کرد سینتر کاملی صورت نگرفته است. زمانی که اکسید کروم به یک سیستم آلومینای اضافه می‌شود محلول جامد هم والانس در کل ترکیب تشکیل خواهد شد و به این دلیل که هم اکسید کروم و هم اکسید آلومینیوم دارای ساختار کریستالی کروندوم همسان هستند. هنگام واکنش در دماهای بالاتر از ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد محلول جامد جانشین به دست می‌آید [۲۰-۲۲]. تشکیل این محلول جامد جانشینی (آلومینا-کرومیا) باعث افزایش اتصال بین دانه‌ها و تقویت اتصال فازهای زمینه می‌شود

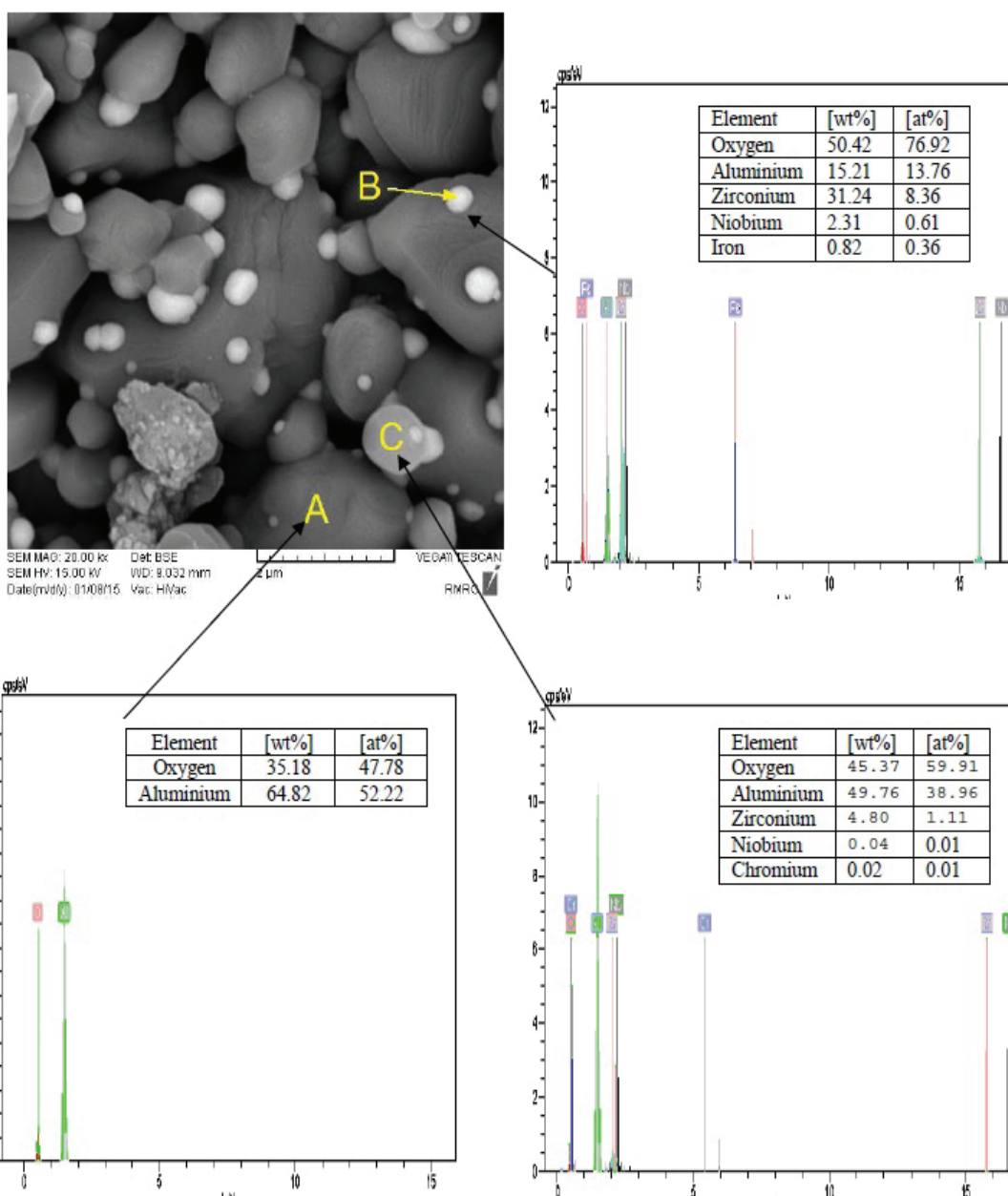


شکل ۵. ریزساختار نمونه‌ها (a) ZTA (b) ZTA+Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (c) ZTA+Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (d) ZTA+Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>+Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد.

به فاصله‌ها در شبکه زیرکونیا غیرممکن است [۲۸ و ۶]. احتمال تشکیل محلول جامدی وجود دارد که متشکل از زیرکونیوم و نیوبیوم است که اکسید زیرکونیوم نیوبیوم Nb<sub>2</sub>Zr<sub>6</sub>O<sub>17</sub> نام دارد و این فاز جدید در مرزدانه مستقر است که باعث استحکام و تقویت مرزدانه می‌شود و از طرفی باعث افزایش اندازه دانه‌های آلومینا می‌شود. فازهای اکسیدزیرکونیوم نیوبیوم را می‌توان بارنگ سفید در اتصالات سه‌گانه دانه‌ها یا در موقعیت بین‌دانه‌ای، درون دانه‌های آلومینا را دید که این نتیجه مطابق با نتایج حسن و همکارانش [۶] هست که وجود این فاز را اثبات کردند. کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا-اکسیدنیوبیوم در شکل (۵c) به‌خوبی نشان می‌دهد که سینتر بهتری نسبت به بقیه نمونه‌ها دارد، روی شکل به‌خوبی چسبیدن و اتصال ذرات را به هم و گیر

دارد، درحالی‌که انرژی فعال‌سازی به استحکام پیوند از کاتیون‌ها و آنیون‌ها بستگی دارد. شعاع یونی نیوبیوم (0.69Å) کوچک‌تر از اکسیژن (1.38Å) و زیرکونیوم (0.79Å) است و در اثر اضافه شدن نیوبیوم پیوند بین زیرکونیا و اکسیژن را ضعیف می‌شود. پیوند ضعیف فرکانس پرش یون Zr<sup>4+</sup> را افزایش خواهد داد و بر این اساس، انرژی فعال‌سازی کاهش و نرخ تراکم‌پذیری افزایش می‌یابد. [۲۶-۲۷]. اکسید نیوبیوم زمانی که در زیرکونیا حل می‌شود عیوب اصلی ساختار و در نتیجه خواص زیرکونیا را تغییر می‌دهد. زمانی که اکسید نیوبیوم به نمونه آلومینا-زیرکونیا اضافه بشود تنها می‌تواند به‌صورت جانشینی در زیرکونیا حل شود. زیرا بدیهی است حل شدند آن به‌طور بین نشین با توجه به شعاع نسبتاً زیاد از Nb<sup>5+</sup> (0.69Å) با توجه





شکل ۶. آنالیزهای عنصری (EDS) نمونه ZTA+ Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>+Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> در مناطق A, B, C.

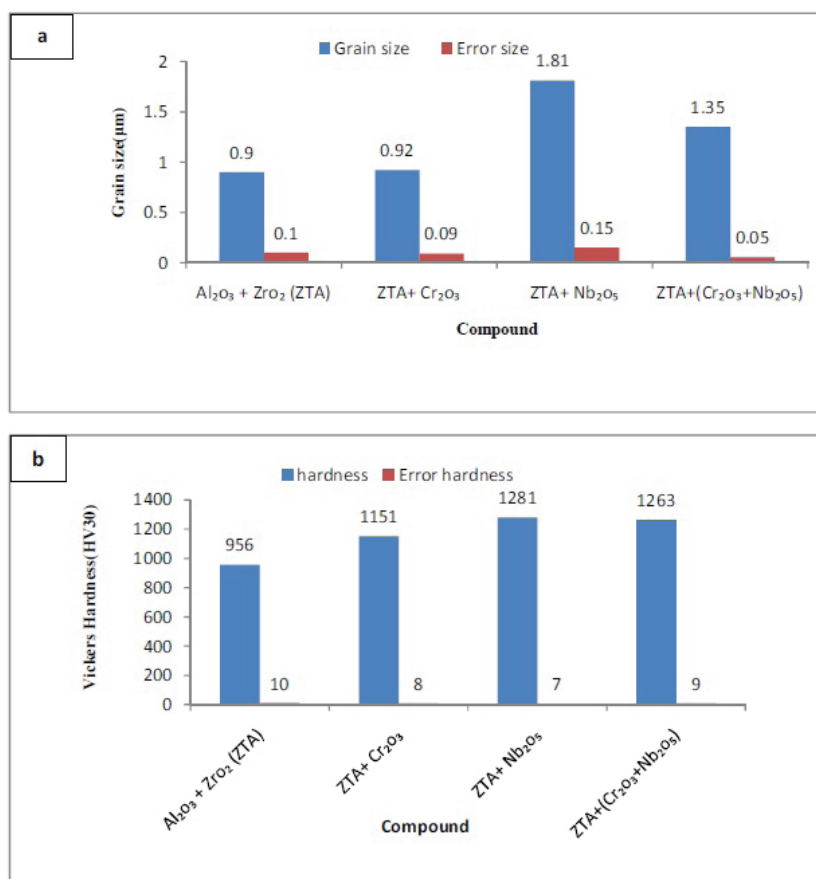
نمونه‌ها دارد. ذرات فاز افزودنی به زمینه در موقعیت بین‌دانه‌ای و درون‌دانه‌ای بین دانه‌های آلومینا توزیع شدند. ریزساختار نمونه به‌خوبی نشان می‌دهد، بعضی از اتصالات دانه‌های زمینه به‌وسیله فازی سفیدرنگ که شامل مخلوطی از اکسید نیوبیوم و زیرکونیا و به نام اکسید زیرکونیوم نیوبیوم Nb<sub>2</sub>Zr<sub>6</sub>O<sub>17</sub> است مشاهده شد و این فاز در مرز دانه مستقر است که باعث تقویت مرز دانه می‌شود و مهم‌ترین مکانیزم‌ها در اینجا شامل شباهت شعاع یونی، جاهای خالی کاتیون و همچنین تشکیل فاز مایع است.

شکل ۶ ریزساختار نمونه کامپوزیتی آلومینا-زیرکونیا-نیوبیا-کرومیا نشان می‌دهد. فازهای تیره‌رنگ که با A نشان

افتادن تخلخل‌ها در درون‌دانه‌ها نشان داده شده و به‌عبارت‌دیگر در مرحله پایانی سینتر تخلخل باز شروع به بسته شدن می‌کند و تخلخل در نهایت در درون دانه یا در انتها مرز دانه قرار می‌گیرند و سینتر کامل‌تری نسبت به دیگر ترکیبات دارد. در اثر افزودن هم‌زمان اکسیدهای نیوبیوم و کروم نمونه به سینتر مناسب‌تری نسبت به نمونه آلومینا-زیرکونیا دست می‌یابد. همان‌طور که از شکل (۵d) مشاهده می‌شود در اثر افزودن اکسیدهای کروم و نیوبیوم سینتر بهتر صورت گرفته و نمونه دارای منافذ و تخلخل کمتر بوده و به‌خوبی در شکل اتصال و به هم چسبیدن دانه‌ها در مرحله سینتر مشاهده می‌شود. نتایج چگالی به‌دست‌آمده نشان می‌دهد (شکل ۵d) که دارای چگالی بالاتری نسبت به

نمونه‌های مختلف را نشان می‌دهد. همان‌طور که در شکل (۷a) نشان داده شده نمونه آلومینا-زیرکونیا-اکسید نیوبیوم دارای اندازه دانه‌های آلومینای (۱/۸۱ میکرون) بزرگ‌تری نسبت به بقیه نمونه دارد. میانگین اندازه دانه‌های آلومینا در کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا برابر با ۰/۹ میکرون است. زمانی که اکسید کروم به آلومینا-زیرکونیا افزوده شود اندازه دانه آلومینا از ۰/۹ به ۱/۱۳ میکرون افزایش یافته که یکی از دلایل آن حل شدن اکسید کروم درون آلومینا است و این نتیجه منطبق با نتایج احمد اظهار [۱] و ریو و همکارانش [۷] است که همگی نشان دادند با افزودن اکسید کروم اندازه دانه‌های آلومینا افزایش می‌یابد. همچنین زمانی که اکسید نیوبیوم به نمونه آلومینا-زیرکونیا افزوده شود میانگین اندازه دانه‌های آلومینا از ۰/۹ به ۲/۱۹ میکرون افزایش می‌یابد که این نتیجه منطبق با نتایج یانگ و همکارانش [۱۰] است که نشان دادند افزودن اکسید نیوبیوم میانگین اندازه دانه‌های آلومینا زمینه را افزایش می‌دهد. زمانی که اکسید نیوبیوم همانند یک محلول جامد در آلومینا حل شد منجر به تشکیل یک محلول جامد می‌شود که حضور این فاز نقش تعیین‌کننده در رشد دانه‌ها آلومینا دارد این فاز همانند فاز مایع در مرز دانه‌های آلومینا قرار می‌گیرد و رشد دانه‌های آلومینا را تسریع

داده شده مطابق آنالیز عنصری (EDS) مربوط به منطقه A که شامل عناصر Al و O می‌باشد که فاز زمینه آلومینا را نشان می‌دهد. فاز خاکستری رنگ که با C نشان داده شده مطابق با آنالیز عنصری آن منطقه شامل پیک‌های از عناصر مختلف است که این ذرات خاکستری، ذرات فاز زیرکونیا است. از طرفی فازی که بارنگ سفید و پیکان B مشخص شده است با توجه به آنالیز عنصری آن منطقه که شامل عناصر مختلفی است که تشکیل محلول جامد حاصل از این عناصر را نشان می‌دهد. این منطقه (B) وجود فاز جدیدی که متشکل از عناصر زیرکونیوم، اکسیژن و نیوبیوم است را نشان می‌دهد که اکسید زیرکونیوم نیوبیوم  $Nb_2Zr_6O_{17}$  نام دارد این فاز همچنین توسط حسن و همکارانش [۶] مشاهده گردید و این فاز در مرز دانه‌ها مستقر است که باعث افزایش استحکام و تقویت مرز دانه می‌شود. عناصر Fe که در نمونه مشاهده می‌شود به خاطر آلودگی که از گلوله‌های فولادی که برای خردایش و همگن‌سازی پودرها که در مرحله آسیاکاری وارد نمونه‌ها شده است. میانگین اندازه دانه‌های آلومینا نمونه‌ها را در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد از روی ریزساختار نمونه‌ها که در شکل ۵ نشان داده شده محاسبه گردید. شکل (۷a) اثرات افزودن اکسید نیوبیوم و کروم را روی اندازه دانه‌های آلومینا در



شکل ۷. (a) اندازه دانه‌های آلومینا (b) سختی ترکیبات با حضور هم‌زمان نیوبیوم و کروم در ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد.

- ۳- در اثر افزودن هم‌زمان اکسیدهای نیوبیوم و کروم به نمونه کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا چگالی به دلیل کاهش تخلخل و سختی به دلیل تشکیل محلول جامد در ترکیبات افزایش یافت.
- ۴- بهبود سختی در نمونه‌های آلومینا-زیرکونیا-نیوبیا و آلومینا-زیرکونیا-نیوبیا-کرومیا به علت تشکیل فاز جدید اکسید زیرکونیوم نیوبیوم ( $\text{Nb}_2\text{Zr}_6\text{O}_{17}$ ) است.
- ۵- اکسید کروم درصد پایداری فاز تتراگونال افزایش می‌دهد درحالی‌که اکسید نیوبیوم دگرگونی فاز تتراگونال به مونوکلینیک را تسریع می‌کند.
- ۶- عکس‌های SEM و EDS وجود فاز جدیدی از ترکیب فازهای زیرکونیوم و نیوبیوم را نشان می‌دهد که این فاز می‌تواند اکسید زیرکونیوم نیوبیوم ( $\text{Nb}_2\text{Zr}_6\text{O}_{17}$ ) باشد.
- ۷- اندازه دانه‌های زمینه آلومینا با افزودن اکسید نیوبیوم و اکسید کروم به نمونه‌ها افزایش می‌یابد.

می‌کنند [۱۷ و ۲۹]. زمانی که به کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا به‌طور هم‌زمان نیوبیوم و کروم افزوده شود اندازه دانه‌ها در حالت کلی در مقایسه با کامپوزیت خالص آلومینا-زیرکونیا افزایش می‌یابد اما در مقایسه با کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا-اکسید نیوبیوم اندازه دانه کمی کاهش می‌یابد که دلیل آن می‌تواند بزرگ‌تر شدن کسر حجمی ذرات فاز ثانویه باشد، و از رشد دانه به‌طور قابل توجهی جلوگیری می‌کند، اکسید نیوبیوم رشد دانه را ارتقا می‌دهد زمانی که به‌عنوان محلول جامد در آلومینا حل می‌شود تشکیل ذرات فاز ثانویه همانند اینکه مقدار نیوبیوم بالاتر از حد حلالیت آن در آلومینا باشد. ذرات فاز ثانویه تحرک مرزدانه‌های زمینه را در فرآیند سینتر کاهش می‌دهد. سختی تمام نمونه‌ها در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد در شکل (۷b) نشان داده شده است. بیشترین سختی مربوط به نمونه آلومینا-زیرکونیا-اکسید نیوبیوم برابر با ۱۲۸۱ HV است که به دلیل سینتر عالی‌تر نمونه و در نتیجه چگالی بالاتر و تخلخل کمتر به دست آمد. سختی نمونه کامپوزیتی آلومینا-زیرکونیا برابر با ۹۵۶ HV محاسبه گردید. افزودن اکسید نیوبیوم به کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا همان‌طور که در شکل (۶b) نشان می‌دهد سختی نمونه نسبت به کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا خالص افزایش پیدا کرده است. بهبود سختی در نمونه آلومینا-زیرکونیا-اکسید نیوبیوم به علت تشکیل فاز  $\text{Nb}_2\text{Zr}_6\text{O}_{17}$  است که باعث افزایش انسجام بین دانه‌ها و تقویت فصل مشترک فاز و مرزدانه زمینه می‌شود. نمونه آلومینا-زیرکونیا-نیوبیا-کرومیا دارای سختی بالاتری (۱۲۶۳ HV) نسبت به کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا (۹۵۶ HV) دارد. همچنین بهبود در سختی نمونه‌ها به تراکم و چگالی بالاتر نمونه‌ها و تخلخل کمتر وابسته است. کامپوزیت آلومینا-زیرکونیا-اکسید نیوبیوم سختی بالاتری نسبت به نمونه آلومینا-زیرکونیا-کرومیا-نیوبیا دارد که دلیل اصلی آن تخلخل کمتر و تراکم و سینتر بهتر است.

#### ۴. نتیجه‌گیری

- ۱- بررسی‌ها نشان داد که آسیاکاری مکانیکی، توزیع یکنواخت ذرات زیرکونیا، اکسید نیوبیوم و اکسید کروم را در زمینه سبب شده است.
- ۲- با افزودن اکسید نیوبیوم و اکسید کروم چگالی نمونه‌ها افزایش و تخلخل کاهش می‌یابد و نمونه کامپوزیتی آلومینا-زیرکونیا-نیوبیا دارای چگالی نسبی و سختی بالاتری نسبت به کامپوزیت خالص آلومینا-زیرکونیا (ZTA) دارد و به ترتیب برابر با ۹۱ درصد و ۱۲۸۱ HV است.

## References

- [1] A. Azhar, and L. Chun Choong, "Effects of  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  Addition on the Mechanical Properties, Microstructure and Wear Performance of Zirconia Toughened-Alumina (ZTA) Cutting Inserts", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 513, PP. 91 - 96, (2012).
- [2] D. Casellas, "Fracture Toughness of Alumina and ZTA Ceramics: Microstructural Coarsening Effects", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 143-144, PP. 148 - 152, (2003).
- [3] N.A. Rejab, and A. Azhar, "The Relationship between Microstructure and Fracture Toughness of Zirconia Toughened Alumina (ZTA) Added With MgO and  $\text{CeO}_2$ ", *Intertional Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 41, PP. 522 - 530, (2013).
- [4] N.A. Rejab, and A. Azhar, "The Effects of  $\text{CeO}_2$  Addition on the Physical, Microstructural and Mechanical Properties of Yttria Stabilized Zirconia Toughened Alumina (ZTA)", *Intertional Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 36, PP. 162 - 166, (2013).
- [5] C. Suryanarayana "Mechanical alloying and milling", *Progress in Materials Science*, No. 46, 2001, PP. 1-184
- [6] A.M. Hassan, and S.M. Naga, "Toughening and Strengthening of  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  Doped Zirconia/Alumina (ZTA) Composites", *Intertional Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 48, PP. 338-345, (2015).
- [7] D.H. Riu, and Y.M. Kong, "Effect of  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  addition on microstructural evolution and mechanical properties of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 20, PP. 1475-1481, (2000).
- [8] A. Azhar and L.Chun Choong, "Effects of MgO Addition on the Mechanical Properties, Microstructure and Wear Performance of Zirconia Toughened-Alumina(ZTA) Cutting Inserts", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 513, pp. 91- 96, (2012).
- [9] M. Hanisah, A. Azhar, " Effect of  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ - $\text{TiO}_2$  Addition on the Physical Properties of Zirconia Toughened Alumina", *Materials Science Forum*, Vol. 840, PP. 34-38, (2016).
- [10] Y.F. Hsu, S.F. Wang, Y.R. Wang, S.C. Chen, "Effect of Niobium Doping on the Densification and Grain Growth in Alumina", *Ceramics International*, Vol. 34, PP. 1183-1187, (2008).
- [11] A.M. Hassan, M. Awaad, S.M. Naga, "Densification Behavior and Mechanical Properties of Niobium-Oxide-Doped Alumina Ceramics", *Journal of Ceramis Science and Technology*, Vol. 05, No. 01, PP. 51-56, (2014).
- [12] P.d.E. Louis Winnubst, and T.H. P. Leuwerink "Effect of Calcination on the Sintering of Gel-Derived, Zirconia-Toughened Alumina", *Journal of American Ceramic Society*, Vol. 77, PP. 2376-2380, (1994).
- [13] R. Gopi Chandran, and K. C. Patil, " Combustion Synthesis and Properties of Mullite-Zirconia Composites", *Journal of Materials Science*, Vol. 31, PP. 5773-5779, (1996).
- [14] R. C. Garvie, And P. Nicholson, " Phase Analysis in Zirconia Systems", *Journal of The American Ceramic Society*, Vol. 55, PP. 303-305, (1972).
- [15] G. K. LAYDEN, "The System  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -N  $\text{b}_2\text{O}_5$ ", *Journal of The American Ceramic Society-Discussions and Notes*, Vol. 46, No. 10, PP.506, (1963).
- [16] W.N.D. Santos Wilson Nunes Dos Santos, P.I.P. Filho, R. Taylor, "Effect of addition of niobium oxide on the thermal conductivity of alumina", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 18, PP. 807-811, (1998).
- [17] Y. Ai Wilson Nunes Dos Santos, F. He, B. Liang, "Mechanical properties of  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  ceramics prepared by microwave sintering", *Advanced Materials Research*, Vol. 338, PP. 120-123, (2011).
- [18] D.J. kim, H.J. Jung, D.H. Cho, "Phase Transformations of  $\text{Y}_2\text{O}_3$  and  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  Doped Tetragonal Zirconia During Low Temperature Aging in Air", *Solid State Ionics*, Vol. 80, PP. 67-73, (1995).
- [19] Lange, F. F., "Transformation Toughening: part 4 Fabrication, Fracture Toughness and Strength of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{ZrO}_2$  Composites", *Journal of Materials science*, Vol. 17, PP. 247-254, (1982).
- [20] G. Magnani, and A. Brillante, "Effect of the composition and sintering process on mechanical properties and residual stresses in zirconia-alumina composites", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 25, PP. 3383-3392, (2005).
- [21] L. Zhang, A. M. Ferrari, C. Leonelli, T. Manfredini, "Reaction Mechanism in Alumina/Chromia ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) Solid Solutions Obtained by Coprecipitation", *Journal of American Ceramic Society*, Vol. 83, No. 8, PP. 3036-3040, (2000).
- [22] F. Bondioli, M. Kuhn, U. Diebold, "Growth, structure and thermal properties of chromium oxide films on Pt (111)", *Surface science*, Vol. 375, PP. 1-12, (1997).
- [23] F. Guo, P. Xiao, "Effect of  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  Doping on Sintering of Yttria-Stabilized Zirconia", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 32, PP. 4157-4164, (2012).
- [24] Q. Dong, Z.H. Du, T.S. Zhang, J. Lu, X.C. Song, J. Ma, "Sintering and Ionic Conductivity of 8YSZ and CGO10 Electrolytes With Small Addition of  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ : A Comparative Study", *International Journal of Hydrogen Energy*, Vol. 34, PP. 7903-7909, (2009).
- [25] M.M.R. Boutz, A.J.A. Winnubst, F.H. Hartgers, A.J. Burggraaf, "Effect of Additives on Densification and Deformation of Tetragonal Zirconia", *Journal of Materials Science*, Vol. 29, PP. 5374-5382, (1994).
- [26] W.H. Rhodes, R.E. Carter, "Cationic Self-Diffusion In Calcia-Stabilized Zirconia", *Journal of American Ceramic Society*, Vol. 49, No. 5, PP. 244-249, (1966).
- [27] R.J.D. Tilley, "Principles and Applications of Chemical Defects", *Stanley Thornes Ltd, Cheltenham, U.K.*, (1998).
- [28] S.M. Vidyavathy, and V.Kamaraj, "Microwave Sintering of Niobium Co-doped Yttria Stabilized Zirconia", *Modern Applied Science*, Vol. 3, No. 6, PP. 102-105, (2009).
- [29] B.F. Pedersen, "The Crystal Structure of Aluminum Niobium Oxide ( $\text{AlNbO}_4$ )", *Acta Chemica Scandinavica*, Vol. 16, PP. 421 - 430, (1962).