



## سنتر و بررسی پایداری حرارتی زیر کونیا پایدار شده با اسکاندیا و سریا (ScCeSZ) نانو ساختار برای کاربرد پوشش سد حرارتی

محمود رضا طباطبائی<sup>۱</sup>، روح‌الله رحمانی فرد<sup>۲</sup>، یوسف سید جلیلی<sup>۳</sup>

۱. دانشگاه علم و صنعت ایران دانشکده فناوری‌های نوین (کارشناسی ارشد)
۲. دانشگاه علم و صنعت ایران دانشکده فناوری‌های نوین (استادیار)
۳. دانشگاه علوم و تحقیقات تهران دانشکده فیزیک پلاسما (استادیار)

### چکیده

زیر کونیا پایدار شده با ایتریا (8-7YSZ) از پرکاربردترین پوشش‌های سد حرارتی است. با اینحال در دماهای بالاتر از  $1200^{\circ}\text{C}$  فاز پایدار شده تتراگونال به مونوکلینیک تبدیل می‌شود و احتمال ترک در پوشش را افزایش می‌دهد. در این تحقیق زیر کونیا پایدار شده با اسکاندیا و سریا (ScCeSZ) نانو ساختار به وسیله روش سل ژل پلیمری سنتز شده و اثر مقادیر مختلف پایدار کننده‌های اسکاندیا و سریا بر پایداری حرارتی مورد بررسی قرار گرفته است. میکرو ساختار محصولات به وسیله دستگاه‌های XRD و FE-SEM مشخصه‌یابی شده است. همچنین پایداری حرارتی ترکیب‌های مختلف در  $1400^{\circ}\text{C}$  و به وسیله XRD با سرعت اسکن پایین بررسی شده است. با مقایسه مقدار فاز مونوکلینیک تشکیل شده، مقدار تتراگونالیت و فاز تتراگونال استحاله‌ناپذیر و فاز مکعبی، ترکیب بهینه به لحاظ عملکرد حرارتی مناسب حدود ۴/۷۸ انتخاب می‌شود.

**واژه‌های کلیدی:** پوشش‌های سد حرارتی نانو ساختار؛ پایداری حرارتی؛ سل-ژل؛ زیر کونیا پایدار شده با اسکاندیا و سریا.

<sup>۱</sup>. m.tabatabaeian93@gmail.com

## ۱- مقدمه

پوشش‌های سد حرارتی معمولاً در قطعاتی مانند پره‌های ثابت و متحرک توربین‌های گازی که تحت بارگذاری حرارتی بالایی هستند، مورد استفاده قرار می‌گیرد. این پوشش‌ها دمای فلز را پایین آورده و طول عمر قطعات فلزی را افزایش می‌دهند. سیستم‌های پوشش سد حرارتی به‌طور معمول ساختار دولایه دارند که شامل لایه فوقانی سرامیکی و یک پوشش روکش اتصال فلزی است. لایه سرامیکی قادر است دمای فلز را تا بالای  $1400^{\circ}\text{C}$  کاهش دهد. محافظت حرارتی پدید آمده توسط این پوشش‌ها، می‌تواند نیاز به جریان خنک‌کنندگی را کاهش یا دمای گاز ورودی را افزایش و بنابراین بازدهی عملکرد موتور توربین گازی را افزایش دهد [۱-۲].

پوشش زیرکونیا پایدار شده با ایتریا (8-7YSZ) از مهم‌ترین پوشش‌های سد حرارتی (TBC) است که به‌منظور افزایش طول عمر پره‌های توربین گازی به کار می‌رود. با این حال این پوشش در دماهای بالاتر از  $1200^{\circ}\text{C}$  تحت تحولات فازی قرار گرفته و از ساختار پایدار شده تراگونال به منوکلینیک تبدیل می‌شود، این امر منجر به پیدایش ترک در پوشش می‌شود [۳]. علاوه بر این عامل اصلی در شکست پوشش سد حرارتی، تنش حرارتی تولیدشده در حین چرخه حرارتی ناشی از تفاوت در ضریب انبساط حرارتی بین پوشش سرامیکی فوقانی، پوشش اتصال و ترکیبات فلزی زیرلایه است. با توجه به مطالعات انجام گرفته بر روی YSZ گرچه این ماده از پایداری حرارتی پایینی برخوردار است ولی در مقایسه با مواد دیگر ضریب انبساط حرارتی بالاتری داشته و بنابراین مقاومت به شوک حرارتی بیشتری نشان می‌دهد [۴]. لذا توجه اصلی تحقیقات متمرکز بر حل دو مسئله فوق است. پوشش سد حرارتی با خوشه‌های عیوب<sup>۲</sup> نوعی از مواد جدید زیرکونیاپی است که توسط کاتیون‌های خاکی کمیاب مختلف دوپ شده است. این مواد افزودنی منجر به شکل‌گیری خوشه‌های ناخالصی مانند  $\text{ZrO}_2$ - $\text{Yb}_2\text{O}_3$  ( $\text{Sc}_2\text{O}_3$ ) و  $\text{Y}_2\text{O}_3$ - $\text{Nd}_2\text{O}_3$  ( $\text{Gd}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Sm}_2\text{O}_3$ ) می‌شود که باعث پراکندگی بیشتر فونون شده و در حدود ۲۰ تا ۴۰٪ کاهش هدایت حرارتی را به همراه دارد. این کاهش قابل توجه هدایت حرارتی در پوشش سد حرارتی با خوشه‌های عیوب در مقایسه با YSZ رایج، باعث بهبود پایداری حرارتی پوشش می‌شود [۲]. پوشش‌های سد حرارتی پیشرفته با هدایت حرارتی پایین و پایداری حرارتی بهتر اجازه استفاده از سیستم‌های پوشش با ضخامت نازک‌تر اما با کاهش دمای بیشتر در موتورهای با دمای عملکرد بالا را خواهند داد [۵].

همچنین با کمک نانو فناوری به وسیله ی بهره گیری از نانو ذرات در میکروساختار پوشش می توان میزان مقاومت به انتشار ترک را افزایش داد [۶]. علاوه بر این برخی گزارش‌ها نشان می‌دهند استفاده از پوشش‌های نانو ساختار می‌تواند عمر پوشش را حدود ۶۰ تا ۸۰٪ افزایش دهد. علت این امر به افزایش ضریب انبساط حرارتی در پوشش‌های نانو ساختار برمی‌گردد که باعث افزایش تطابق ضریب انبساط حرارتی می‌شود و علاوه بر آن حضور

<sup>1</sup> Thermal barrier coating

<sup>2</sup> Defect cluster

نواحی متخلخل با ابعاد نانو به عنوان یک منبع اضافه از تخلخل نسبت به تخلخل‌های دوگانه پوشش‌های معمول باعث کاهش مدول الاستیک و کمتر شدن تنش حرارتی منتشر شده در پوشش می‌شود [۶]. در نتیجه پوشش‌های سد حرارتی نانو ساختار در بردارنده خوشه‌های عیوب به عنوان یک پوشش پیشرفته با بهره گرفتن از خاصیت پایداری حرارتی نسبتاً بالا ناشی از خوشه‌های عیوب و خواص بهینه پوشش‌های نانو ساختار نظیر هدایت حرارتی پایین، ضریب انبساط حرارتی بالا، مدول یانگ پایین و طول عمر چرخه حرارتی طولانی مدت می‌تواند جایگزین مناسبی برای ماده YSZ در شرایط عملکرد طولانی مدت در دماهای بالاتر از  $1200^{\circ}\text{C}$ ، نظیر محفظه احتراق موتورهای جت باشد چراکه در این دما فاز تتراگونال استحاله ناپذیر  $t'$  پوشش از جنس YSZ به فاز تتراگونال استحاله پذیر  $t$  استحاله یافته و همان‌طور که گفته شد با سرد کردن تا دمای اتاق فاز منوکلینیک ظاهر می‌شود که با توجه به انبساط حجمی در این استحاله، یکپارچگی پوشش سد حرارتی در معرض خطر قرار می‌گیرد [۷].

$\text{Sc}_2\text{O}_3$  نقش مهمی در پایداری حرارتی، مقاومت به خوردگی و کاهش هدایت حرارتی بازی می‌کند. افزایش مقدار  $\text{Sc}_2\text{O}_3$  به سبب ایجاد عیوب نقطه‌ای و جاهای خالی بیشتر می‌تواند هدایت حرارتی را کاهش دهد [۸ و ۹]. همچنین گزارش شده است، در پوشش‌هایی که از  $\text{CeO}_2$  به عنوان اکسید پایدارکننده استفاده کرده‌اند و با نام تجاری CSZ شناخته می‌شوند، پایداری فازی بالاتر و مقاومت به شوک حرارتی بیشتری از YSZ دارند، چراکه انتقال فاز در آن‌ها پیشرفت کمتری داشته و به مقدار کمی اتفاق می‌افتد [۱۰]. در پوشش‌های سد حرارتی فاز  $t'$  به‌طور گسترده‌ای مورد استفاده قرار می‌گیرد و در دمای اتاق پایدار است، علت این استفاده، شکل گرفتن میکرو ساختار دوقلویی در فاز  $t'$  است که تمایل به افزایش عملکرد حرارتی را موجب می‌شود. با تکنیک‌های رسوب‌دهی با نرخ بالا ( $\text{EB-PVD}$ ,  $\text{PS}^2$ ) فاز  $t'$  به‌وسیله استحاله غیر نفوذی یا مارتنزیتی و از فاز مایع و یا مکعبی به دست می‌آید [۱۱].

روش‌های عمده تولید در مقیاس بالای زیرکونیا پایدار شده با اسکاندیا و سریا ( $\text{ScCeSZ}$ ) نانو ساختار، روش مکانیکی و شیمی تر است. در روش مکانیکی، اکسیدهای فلزی و زیرکونیا ترکیب شده تا آلیاژ مکانیکی رخ دهد، بعد از آن در دمای بالا برای یکنواخت کردن ترکیب زیرکونیا و اکسید فلزی دوپ شده در آن، عملیات حرارتی بر روی نمونه انجام می‌شود که این باعث رشد دانه کنترل نشده و جدایی فازی دوپانت‌ها خواهد شد. این در حالی است که روش‌های شیمیایی تر به دلیل دمای پایین تر مورد نیاز برای فرایند کلسیناسیون غالباً با مشکل کمتری در رشد دانه رو به رو خواهند بود. روش‌های نظیر هم رسوبی، سل-ژل آلکواکسایدی، سل-ژل به روش پلیمری، هیدرو ترمال و میکرو امولسیون از جمله روش‌های شیمیایی تر هستند؛ اما این روش‌ها نیز

<sup>1</sup> Electron Beam Physical Vapor Deposition

<sup>2</sup> Plasma Spray

مشکلاتی نظیر عدم امکان تولید در مقیاس بالا، گران بودن پیش ماده‌های لازم، بالا بودن اندازه بلور و اندازه ذرات و طولانی بودن مدت زمان انجام واکنش‌های لازم را به همراه دارند [۱۲].

در پژوهش حاضر برای تولید نانو پودر ScCeSZ از بین روش‌های شیمیایی تر، سل-ژل به روش پلیمری یا پچینی به علت ارزانتر بودن پیش ماده‌های مورد نیاز و کنترل بهتر استوکیومتری ترکیب، انتخاب می‌شود [۱۲]. در این پژوهش ترکیب‌های ScCeSZ نانو ساختار با مقادیر متفاوت از پایدارکننده‌ها سنتز شده و پس از اطمینان از شکل‌گیری فاز تتراگونال استحاله‌ناپذیر در ترکیب‌های سنتز شده، پایداری حرارتی آن‌ها در دمای  $1400^{\circ}\text{C}$  با یکدیگر و با YSZ نانو ساختار تجاری مقایسه شده و بهترین ترکیب به‌عنوان جایگزین مناسب برای YSZ رایج معرفی می‌گردد.

## ۲- مواد و روش تحقیق

### ۲-۱- فرایند سنتز پودر نانو ساختار

منابع تأمین عناصر زیرکونیوم و سریم و اسکاندیم به ترتیب نمک اکسی کلرید زیرکونیوم  $\text{ZrO}(\text{Cl})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  و نترات سریم هگزا هیدراته  $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  و نترات اسکاندیوم هیدراته  $\text{Sc}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  بودند. نمک‌های فوق به همراه سیتریک اسید در آب مقطر حل شدند و آن‌گاه در دمای  $50^{\circ}\text{C}$  در حالی که محلول توسط هم‌زن مغناطیسی بهم زده می‌شد، اتیلن گلیکول منوبوتیل اتر به آرامی به آن اضافه شد. پس از یک ساعت هم‌زدن، دمای هم‌زن مغناطیسی به  $100^{\circ}\text{C}$  افزایش داده شد و هم‌زدن به مدت یک ساعت دیگر ادامه یافت. آن‌گاه مجدداً دما به  $150^{\circ}\text{C}$  افزایش یافت که در این دما سل شفاف بی‌رنگ کم‌کم به رنگ زرد در مبدل شد و ویسکوزیته‌ی آن بیشتر و بیشتر شد. پس از گذشت یک ساعت دما به  $220^{\circ}\text{C}$  افزایش داده شد و با گذشت ۲ ساعت زیروژل مورد نظر تشکیل شد. زیروژل را به کوره الکتریکی جعبه‌ای منتقل کرده و با توجه به نتیجه آزمایش منحنی پخت در حداکثر دمای  $700^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۲ ساعت پخت انجام گرفت. منحنی کلسیناسیون با استفاده از دستگاه آنالیز حرارتی هم‌زمان (STA) با نرخ گرمایش  $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$  بدست آورده شد. مشخصه‌یابی فازها و اندازه بلور نانو پودرهای سنتز شده به وسیله دستگاه XRD با لامپ مسی و با اندازه گام  $0.04^{\circ}$  انجام گرفت. برای تعیین اندازه بلور نانو پودر ها نیز از رابطه شرر (۱) استفاده شد [۱۳].

$$D(101) = k\lambda/\beta\cos\theta \quad (1)$$

در رابطه‌ی (۱)  $k$  فاکتور شکل است که برابر با عدد  $0.9$  در نظر گرفته می‌شود و  $\lambda$  طول‌موج منبع تولیدکننده اشعه ایکس است که در اینجا  $\text{CuK}\alpha$  است و طول‌موجی برابر با  $1.5406 \text{ \AA}$  دارد.  $\beta$  برابر با مقدار پهنای کامل در نیمه بیشینه (FWHM) برای پیک اصلی است. دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی انتشار میدانی (FE-SEM) نیز به منظور بررسی اندازه ذرات و مورفولوژی نانو پودرهای سنتز شده به کار گرفته شد.

### ۲-۲- بررسی پایداری حرارتی

برای بررسی پایداری حرارتی ترکیب های سنتز شده، نانو پودرها به شکل قرص هایی با قطر 10 mm و ضخامت 2 mm با استفاده از دستگاه پرس تک محوره با فشار 150 bar در آورده شد. سپس در یک بوتله آلومینایی درون کوره ی جعبه ای الکتریکی به مدت 24 ساعت در 1400 °C در معرض حرارت قرار گرفتند. از دستگاه XRD به منظور مشخصه یابی ساختار فازی ترکیب های مختلف سنتز شده، استفاده شد. در همین راستا جهت بررسی مقدار فاز منوکلنیک تشکیل شده در اثر عملیات حرارتی، از تفرق اشعه ایکس در محدوده ی زاویه ای 2θ برابر با ۳۲-۲۷ و با اندازه گام ۰/۰۴ درجه استفاده شد. برای برای مشخصه یابی فاز تتراگونال استحاله ناپذیر و فاز مکعبی تشکیل شده در اثر عملیات حرارتی، تفرق اشعه ایکس با محدوده ی زاویه ای ۲θ برابر با ۷۵-۷۲ با اندازه گام زاویه ای ۰/۰۱ و گام زمانی ۸ ثانیه به کار گرفته شد. با استفاده از الگوی تفرق اشعه ایکس، پارامترهای شبکه و تتراگونالیتته ی ترکیب های سنتز شده ی مختلف محاسبه شد، به این منظور در ابتدا به وسیله نرم افزار ORIGINPro و با استفاده از تابع (PearsonVII) پیک های مشخصه جداسازی شده و عمل برازش بر روی آن ها انجام گرفت. به منظور تعیین مقدار فاز منوکلنیک تشکیل شده از رابطه ی (۲) و (۳) استفاده شده است.

$$X_m = \frac{\text{Im}(-111) + \text{Im}(111)}{\text{Im}(-111) + \text{Im}(111) + \text{I}t/c(111)} \quad (2)$$

$$V_m = \frac{PX_m}{1 + (P-1)X_m} \quad (3)$$

در رابطه ی (۲) متغیر  $I_m$  برابر با شدت پیک های منوکلنیک موجود در الگوی تفرق اشعه ایکس است که به وسیله ی آن ها کمیت  $X_m$  تعریف می شود. در مرحله ی بعدی برای به دست آوردن مقدار فاز منوکلنیک از رابطه ی (۳) استفاده شد، از آن جا که در ترکیب ها امکان حضور فازهای تتراگونال و مکعبی و منوکلنیک وجود دارد، مقدار  $P$  عدد ثابت ۱/۳ در نظر گرفته شد [۱۴].

برای بدست آوردن تتراگونالیتته ی ترکیب های مختلف سنتز شده در این پژوهش به روش زیر عمل شد:

در یک ساختار تتراگونال دو پارامتر وجود دارد  $a=b$  و  $c$  که می بایست محاسبه شوند. در یک سیستم تتراگونال مقادیر  $\sin^2\theta$  از رابطه ی (۴) پیروی می کند.

$$\sin^2\theta = A(h^2 + k^2) + Cl^2 \quad (4)$$

که  $(A = \lambda^2/4a^2)$  و  $(C = \lambda^2/4c^2)$  برای هر الگویی ثابت هستند. نخست ثوابت  $A$  و  $C$  محاسبه شده و بعد از آن پارامترهای سلول واحد  $a$  و  $c$  بدست خواهند آمد. مقدار  $A$  از صفحات  $(h, k, 0)$  بدست می آید یعنی زمانی که  $l=0$  است، در اینصورت معادله ی (۴) به صورت زیر خواهد بود:

$$\sin^2\theta = A(h^2 + k^2)$$

$C$  از دیگر خطوط الگو به دست می آید و از رابطه زیر برای آن استفاده می شود:

$$\sin^2\theta - A(h^2 + k^2) = Cl^2$$

بنابراین با مشخص شدن پارامترهای شبکه می توان نسبت  $c/a$  یا همان تراگونالیته را برای ترکیب های مختلف به دست آورد و مقایسه کرد [۱۵].

### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- رفتار حرارتی پیش ماده

شکل (۱) آنالیز حرارتی هم زمان برای پیش ماده ی زیرکونیا تقویت شده با سریا و اسکاندینیا (ScCeSZ) را نشان می دهد. یک پیک گرماگیر در نمودار DTG (شکل ۱ الف) در حوالی  $110^{\circ}\text{C}$  بدست می آید که مربوط به از دست دادن آب پیش ماده است. در محدوده  $205^{\circ}\text{C}$  نیز یک پیک گرماگیر کوچک در نمودار DTG دیده می شود که نشان دهنده ی تبخیر اتیلن گلیکول منوبوتیل اتر اضافی در پیش ماده است. از نمودار DDTA (شکل ۱ ب) یک پیک گرمازا در محدوده  $370^{\circ}\text{C}$  مشاهده می شود که مربوط به کربنی کردن و یا شکست پیوندهای آلی در پیش ماده و تبدیل شدن به گازهایی نظیر  $\text{CO}_2$  است. از نمودار DTG نیز مطلب فوق اثبات می شود و می توان از محدوده  $370^{\circ}\text{C}$  تا  $470^{\circ}\text{C}$  یک پیک بزرگ مشاهده کرد، از دست دادن وزن در این مرحله، به سوختن گونه های آلی در پیش ماده و تجزیه آن به اسکاندیا و سریا دوپ شده در زیرکونیا (ScCeSZ) ارتباط می یابد. پیک گرمازا در  $450^{\circ}\text{C}$  مربوط به بلورینه شدن، ژل آمورف است. با توجه به نتایج آزمایش TG/DTA دمای کلسیناسیون اولیه را می توان در حدود  $500^{\circ}\text{C}$  در نظر گرفت، با اینحال برای اطمینان از رسیدن به یک ساختار تراگونال پایدار با میزان بلورینه شدن کافی و کلسیناسیون کامل دمای کلسیناسیون  $700^{\circ}\text{C}$  با زمان نگهداری ۲ ساعت انتخاب شد [۱۲].

#### ۳-۲- تعیین فاز محصولات

شکل (۲) نتایج XRD برای ۳ ترکیب از جدول (۱) را نشان می دهد. نمونه ها بعد از ۲ ساعت ماندگاری در  $700^{\circ}\text{C}$  کاملاً بلورینه شده و اندازه ی بلور آنها از رابطه شرر محاسبه شده است. پیک های مشخصه برای نمونه ها عمدتاً در محدوده ی زوایای  $2\theta$  برابر با  $29/94$  و  $49/73$  و  $59/11$  و به ترتیب برای صفحات (۱۰۱) و (۱۱۲) و (۲۱۱) است. با توجه به شکل (۲)، نمونه های کلسینه شده در  $700^{\circ}\text{C}$  دارای فاز تراگونال (t) هستند. از آنجایی که ساختار فاز تراگونال با فاز مکعبی بسیار به یکدیگر نزدیک بوده و در پارامتر شبکه C با یکدیگر متفاوت هستند، تشخیص این دو از یکدیگر، تنها با اکتفا به الگوی پراش اشعه ایکس کار مشکلی است، در بخش بررسی پایداری حرارتی در این خصوص توضیح داده خواهد شد. در الگوهای پراش اشعه ایکس نشان داده شده در شکل (۲) پیک های مربوط به  $\text{CeO}_2$  و  $\text{Sc}_2\text{O}_3$  دیده نمی شود، بنابراین می توان نتیجه گرفت که سریا و اسکاندیا با موفقیت در شبکه ی زیرکونیا دوپ شده اند. همچنین پیک های مشخصه برای فاز منوکلنیک در محدوده ی  $2\theta$  برابر با  $28$  و  $31/7$  هستند، با توجه به شکل (۲) می توان نتیجه گرفت که فاز منوکلنیک در نمونه های سنتر شده وجود ندارد.

#### ۳-۳- تعیین مورفولوژی و اندازه ذرات

شکل (۳)، تصویر FE-SEM از پودر نانو ساختار ScCeSZ را به منظور بررسی مورفولوژی و اندازه ذره‌ی آن نشان می‌دهد. در تصویر ذکر شده، پودر به دست آمده شامل کلوخه‌های سخت و کوچک با شکل‌های نامنظم و به صورت چند وجهی است. این کلوخه‌های سخت شکل (۳ب) شامل نانو ذرات زینتر شده‌ای هستند که از انرژی بالای حاصل از تجزیه حرارتی مقدار زیادی از ترکیب‌های آلی استفاده شده در روش سنتز پلیمری بوجود می‌آیند. در این روش سیتریک اسید عامل تشکیل کمپلکس بوده و اکسیژن موجود در اتمسفر واکنش عامل اکسید کننده برای احتراق است. بنابراین واکنش‌های گرمازای اکسایشی حاصل از حذف ترکیب‌های آلی در دمای کلسیناسیون نسبتاً بالا، اغلب پیوندهای ضعیف بین ذرات را به گلوبی‌های زینتر شده تبدیل می‌کنند و باعث کلوخه‌ای شدن نامطلوب پودر می‌شوند. از این رو هر چقدر که مقادیر اتیلن گلیکول منوبوتیل اتر و سیتریک اسید بیشتر باشد، در حین کلسیناسیون انرژی بیشتری برای اتصال ذرات به یکدیگر فراهم می‌شود و کلوخه‌های بزرگتری تشکیل خواهد شد [۱۶]. در این پژوهش نسبت بین ترکیب یون‌های فلزی و ترکیبات عالی به صورت ۱:۴:۴ بوده است و همانطور که در شکل (۳ج) نیز نشان داده شده است، نانو ذراتی با اندازه میانگین ۵nm تشکیل شده که با توجه به فرایند تف جوشی به یکدیگر متصل شده‌اند.

### ۳-۴- پایداری حرارتی

فازهای t و t' در دمای اتاق میکرو ساختارهای متفاوتی باهم دارند. در فاز t' میکرو ساختار دوقلوبی وجود دارد که تمایل به افزایش عملکرد حرارتی را موجب می‌شود [۱۷]. با افزایش در غلظت اکسیدهای پایدارکننده، ساختار دوقلوبی یکنواخت‌تر و ریزتر نیز می‌شود. t فاز تتراگونال با قابلیت استحاله است که می‌تواند تحت تنش‌های مکانیکی، با استحاله مارتنزیتی به فاز منوکلنیک تبدیل شود. فاز تتراگونال دوم t' یک فاز غیرقابل استحاله است و حتی اگر نمونه به شدت خرد هم بشود نمی‌تواند به فاز منوکلنیک استحاله یابد. مکانیسم منکوب کردن استحاله، می‌تواند به وسیله عیوب شبکه تغییر کند. برای مثال جاهای خالی اکسیژنی فازهای دمابالا را پایدار کرده و یک سد پتانسیل برای ممانعت از حرکت مرزهای فاز تشکیل می‌دهند. جاهای خالی اکسیژنی در حین پایدارسازی زیر کونیا به وسیله‌ی اکسید فلز توسط کاتیون‌هایی که بار الکتریکی پایین‌تر از زیر کونیا دارند، تشکیل می‌شوند. بنابراین غلظت بالاتر جاهای خالی اکسیژن در فاز t' باعث می‌شود که این فاز در برابر استحاله‌ی تتراگونال به منوکلنیک تحت تنش‌های مکانیکی پایدارتر باشد. با افزایش در غلظت اکسید پایدارکننده، مقدار فاز t استحاله پذیر به طور یکنواخت کاهش پیدا می‌کند [۱۸]. پلی مرفهای تتراگونال و مکعبی زمانی پایدار هستند که میزان دوپانت برای ایجاد جای خالی اکسیژنی به اندازه‌ای باشد که عدد همسایگی یون Zr را از ۸ برای پلی مرف تتراگونال به ۷/۵ کاهش دهد. در حالت کاملاً پایدار شده و فاز

مکعبی دما بالا عدد همسایگی یون Zr، ۷ خواهد بود که مربوط به ماهیت پیوند قوی کووالانسی Zr-O و اندازه‌ی کوچک یون Zr می‌شود [۱۹].

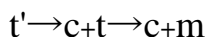
بر مبنای نمودارهای فازی تعادلی در منابع شکل (۴)، ۴ تا ۸٪ مولی از  $Sc_2O_3$  مقدار مولی که در ترکیب برای  $Sc_2O_3-ZrO_2$  لازم است تا  $t'$  در آن شکل بگیرد [۲۰]. همچنین پوشش‌های سد حرارتی پایدار شده با  $CeO_2$  به وسیله محققان مختلفی بررسی شده و در خصوص وجود فاز  $t'$  همانند آنچه در YSZ وجود دارد توافق شده است [۱۹].

از ۷/۵ تا ۱۶٪ مولی  $CeO_2$  شکل گرفتن فاز  $t$  استحاله پذیر تأیید می‌شود. از ۱۶ تا ۵۰٪ مولی  $CeO_2$  فاز  $t'$  شکل می‌گیرد که به فاز منوکلنیک تبدیل نمی‌شود و بیش از ۵۰٪ مولی تنها فاز مکعبی شکل می‌گیرد [۲۱]. در منابع باور بر این است که در ۲۵٪ وزنی  $CeO_2$  (حدود ۲۰٪ مولی)، فاز  $t'$  شکل گرفته و استحاله  $t \rightarrow m$  در نزدیک دمای اتاق منکوب شده است [۲۲]. در این پژوهش ۲۰٪ مولی  $CeO_2$  به عنوان مقدار ثابت انتخاب می‌شود و نمونه‌ها طبق آنچه در جدول (۱) آورده شده است، در مقیاس پایین سنتز و پایداری فازی آن‌ها بررسی می‌شوند. شکل (۵)، الگوی تفرق اشعه ایکس برای ۶ نمونه از ترکیب‌های سنتز شده و یک نمونه YSZ نانو ساختار تجاری را بعد از ۲۵ ساعت ماندگاری در  $1400^\circ C$  نشان می‌دهد. عملیات حرارتی در ۲۵ ساعت انجام می‌شود زیرا تأثیرات پیرسازی حرارتی بر میکرو ساختار در همان ۲۵ تا ۵۰ ساعت اول نهایی شده و بعد از آن آهسته می‌شود [۱۰].

ساختار تتراگونال از ساختارهای مکعبی می‌تواند با استفاده از حضور دوشاخه‌ای شدن پیک‌های فاز تتراگونال نظیر  $(002) / (200)$  برای  $36^\circ$  و  $(113) / (311)$  برای  $60^\circ$  و  $(004) / (400)$  برای  $73^\circ$  و  $(600) / (006)$  برای  $124^\circ$  متمایز شوند. فاز مکعبی در این زوایا یک پیک تنها نشان می‌دهد. دوشاخه‌ای شدن پیک‌های  $(200) / (002)$  در  $35-36^\circ$  و  $(400) / (004)$  برای  $72-73^\circ$  تأییدکننده حضور فاز  $t'$  است. به خاطر عریض شدن پیک‌ها در مقیاس نانو، پیک‌های دوشاخه شده در فاز تتراگونال در زیرکونیا با پیک دیگری هم‌پوشانی می‌شوند به همین علت برای مشخص کردن بهترین ترکیب جایگزین YSZ رایج با بالاترین میزان فاز تتراگونال غیرقابل استحاله، از XRD با سرعت پایین در محدوده‌ی زاویه‌ای  $72^\circ$  تا  $75^\circ$  کمک گرفته می‌شود که در بخش‌های بعدی توضیح داده خواهد شد [۱۷]. میزان تشکیل فاز منوکلنیک که بازتاب‌دهنده‌ی تخریب فاز  $t'$  است به وسیله فرمول (۳) تخمین زده می‌شود [۲۳]. همان‌طور که در جدول (۱) آورده شده است، مقدار فاز منوکلنیک تشکیل شده برای YSZ نانو ساختار تجاری ۴/۸٪ است و برای نمونه‌ی ۱ که تنها از  $CeO_2$  به عنوان پایدارکننده در آن استفاده شده است برابر ۱/۶٪ است و برای نمونه‌های با درصد‌های مختلف از  $Sc_2O_3$  فاز منوکلنیک مشاهده



نشده است. محققین گزارش کرده‌اند که در پوشش YSZ رایج حتی بعد از ۱۰۰ ساعت ماندگاری در  $1100^{\circ}\text{C}$  فاز تتراگونال خالص بوده و منوکلنیک مشاهده نمی‌شود. اما در  $1200^{\circ}\text{C}$ ، فاز مکعبی شکل می‌گیرد با این حال بازهم فاز منوکلنیک وجود ندارد. در نهایت در  $1400^{\circ}\text{C}$  سیستم کاملاً ناپایدار شده و فاز منوکلنیک در کنار فازهای تتراگونال و مکعبی مشاهده می‌شود. در YSZ در دمای بالای  $1200^{\circ}\text{C}$  استحاله فاز  $t'$  به  $t$  را خواهیم داشت که با سرد کردن تا دمای اتاق فاز  $t$  به  $m$  تبدیل می‌شود [۲۴ و ۹].



نتایج به دست آمده در این پژوهش نیز سیر استحاله‌های فازی رخ داده در YSZ را که در منابع ذکر شده است تأیید می‌کند.

دوپانت‌های چهار ظرفیتی مانند سریا، فازهای تتراگونال یا مکعبی زیرکونیا را پایدار می‌کند، با این وجود پایدارسازی نتیجه تولید جاهای خالی اکسیژنی نیست. در شبکه کاتیونی یون  $\text{Ce}^{4+}$  جانشین  $\text{Zr}^{4+}$  می‌شود بدون آنکه جای خالی اکسیژنی ایجاد شود چراکه هر دو یون‌ها چهار ظرفیتی هستند. تصور می‌شود که پایدارسازی به علت انبساط و بزرگ شدن شبکه ی کاتیونی است که به وسیله یون‌های بزرگ‌تر از اندازه  $\text{Ce}^{4+}$  انجام شده است. این عامل می‌تواند تتراگونالیت را کاهش دهد و فاز تتراگونال را در دمای اتاق پایدار کند [۱۹]. در حقیقت اضافه کردن پایدارکننده  $\text{CeO}_2$  به زیرکونیا یک اثر اعوجاجی ایجاد کرده و افزایشی در پارامترهای شبکه ی فازهای تتراگونال و مکعبی به همراه دارد. این افزایش باعث می‌شود مکان پیک‌های آنها در مقایسه با فازهای تتراگونال و مکعبی در زیرکونیا استاندارد به سمت زاویای کوچک انتقال پیدا کند. این موضوع در شکل (۶) الف به وضوح قابل مشاهده است [۱۰]. همچنین گزارش شده است که پوشش با اکثریت یون سریم جانشین شده در حالت چهار ظرفیتی، زرد کم‌رنگ است. یون‌های سریا در پوشش‌های CSZ پلازما اسپری شده ترجیحاً در حالت چهار ظرفیتی هستند چراکه  $\text{Ce}^{4+}$  قادر به پایدارسازی زیرکونیا در فاز تتراگونال است. تمامی ترکیب‌های سنتز شده و تحت عملیات حرارتی قرار گرفته در این پژوهش به رنگ زرد کم‌رنگ بودند [۱۹]. فرایندهای دمابالا معمولاً تغییراتی در حالت ظرفیت ایجاد می‌کنند و  $\text{Ce}^{4+}$  را به  $\text{Ce}^{3+}$  کاهش می‌دهند [۱۰]. در چنین وضعیتی جاهای خالی اکسیژنی برای به تعادل رساندن ظرفیت کمتر یون Ce معرفی خواهند شد که منجر به پایدارسازی فاز مکعبی و امکان حضور هر دو فاز تتراگونال استحاله ناپذیر  $t'$  و فاز مکعبی می‌شود. حضور مقداری یون سریم سه ظرفیتی می‌تواند باعث تغییر بزرگی در سلول واحد شده و بنابراین پیک‌های XRD پهن دیده می‌شوند. در شکل (۶) در تمامی الگوهای تفرق اشعه ایکس بدست آمده از ۶ نمونه عملیات حرارتی شده، پس از جدا سازی پیک‌ها توسط نرم افزار، حضور فاز مکعبی دیده می‌شود که می‌تواند به پایدار سازی توسط

$Ce^{3+}$  بواسطه جای خالی اکسیژنی ناشی از آن اختصاص یابد، هر چند که پیک مشخص شده نزدیک به نوین است [۱۹]. استحاله  $t$  به  $m$  بوسیله رشد بلورها ترویج می شود و فقط زمانی می تواند اتفاق بیافتد که اندازه دانه بیش از مقدار بحرانی باشد [۱۰]. بعضی منابع این اندازه بحرانی را  $0.3 \mu m$  گزارش کرده اند [۲۱]. به لحاظ ترمودینامیکی پایدارترین فاز برای  $ZrO_2$  در دمای اتاق فاز منوکلینیک است. اما ممکن است که در  $ZrO_2$  خالص اندازه ی کوچک بلورها منجر به پایداری حرارتی فاز تتراگونال شود. Garvie در پژوهش های خود این عامل را ناشی از تفاوت در انرژی سطحی بین فاز تتراگونال و منوکلینیک برای بلورهای بسیار کوچک فاز تتراگونال می داند که می تواند باعث پایداری ترمودینامیکی آن شود. همانطور که در جدول (۱) آمده است اندازه ی بلورهای تحت عملیات حرارتی گرفته در این پژوهش در محدوده ی ۱۳ تا ۲۱ nm است. بنابراین طبق آنچه که Garvie پیشنهاد کرده است، فاز تتراگونال می تواند در این ترکیبات در دمای اتاق پایدار باشد [۲۵]. مقدار  $CeO_2$  بر روی اندازه ی بلور و سطح ویژه پودرها مؤثر است و منابع گزارش کرده اند که اندازه بلور با افزایش  $CeO_2$  کاهش پیدا می کند. بنابراین می توان گفت، رشد بلور زیرکونیا به وسیله دوپ کردن سریا در زیرکونیا مهار شده و استحاله ی تتراگونال به منوکلینیک سرکوب شده است [۲۶].

### ۳-۵- بررسی اثر $Sc_2O_3$ بر تتراگونالیت و پایداری حرارتی

تتراگونالیت فاکتور مهمی در پایداری فاز تتراگونال است و نشان داده شده است که مستقل از نوع دوپانت است. فاز تتراگونال استحاله ناپذیر  $t'$  و فاز تتراگونال استحاله پذیر  $t$  به وسیله تتراگونالیت از یکدیگر متمایز می شوند که در شکل (۷) مشخص شده است [۲۴]. مقاومت  $t'$  در برابر استحاله به سمت  $m$  به مقدار تتراگونالیت کوچک تر آن نسبت داده می شود [۱۹].

با استفاده از الگوی تفرق اشعه ایکس برای محدوده ی زاویه ی  $2\theta$  برابر با  $75^\circ-72^\circ$  که در شکل (۶) نشان داده شده است و با استفاده از فرمول (۴) که در بخش مواد و روش تحقیق معرفی شد، برای هر ۶ ترکیب با مقادیر مختلف از پایدارکننده ی  $Sc_2O_3$ ، تتراگونالیت به دست آمده و در جدول (۱) گزارش شده است. عدد گزارش شده برای هر ۶ ترکیب در بازه ی زاویه ای فوق برای فاز تتراگونال غیرقابل استحاله است. مقادیر محاسبه شده در جدول (۱) کاهش تتراگونالیت را با افزایش مقدار  $Sc_2O_3$  دوپ شده در شبکه ی زیرکونیا نشان می دهد. این کاهش در تتراگونالیت نشان از افزایش جای خالی اکسیژنی در ترکیب های ScCeSZ دارد زیرا تتراگونالیت تنها به وسیله ی ایجاد جاهای خالی اکسیژنی کاهش می یابد و در نتیجه افزایش مقدار دوپانت ها با کاتیون های سه ظرفیتی می تواند منجر به کاهش این پارامتر شود [۱۹] که نتیجه آن افزایش احتمال ایجاد ترکیبی از زیرکونیا کاملاً پایدار شده خواهد بود. در شکل (۶، د، ه، و) پیک مربوط به فاز مکعبی در حال ظاهر شدن و به تبع آن در جدول (۱) تتراگونالیت در نمونه های ۴، ۵ و ۶ در حال کاهش است. بر طبق نمودارهای فازی موجود در منابع، با

اضافه کردن ۲۰٪ وزنی ایتریا و یا بیش از ۱۰٪ مولی اسکاندیا و یا بالای ۵۰٪ مولی سریا، می‌توان زیرکونیا را در فاز مکعبی پایدار کرد، در این صورت زیرکونیای کاملاً پایدارسازی شده و نه زیرکونیای جزئی پایدار شده مورد استفاده در پوشش‌های سد حرارتی بدست آمده است. هرچند که پوشش‌های کاملاً پایدار شده نیاز به پایداری حرارتی را مرتفع می‌کند اما در آزمایش‌های چرخه حرارتی عملکرد ضعیفی دارند [۱۹]. ترکیب‌هایی که در جدول (۱) با علائم S4، S5، S6 و در شکل (۶) الگوی تفرق اشعه ایکس آن‌ها با حروف (د، ه، و) علامت گذاری شده است، تتراگونالیته کوچک‌تر و مقاومت بیشتری نسبت به استحاله مارتزیتی به فاز منوکلنیک دارند اما پیک مربوط به فاز مکعبی را نیز نشان می‌دهند، با توجه به هدف این پژوهش، ضعف در مقاومت به شوک حرارتی آن‌ها باعث می‌شود تا ترکیب S3 با ۴/۷۸٪ مول  $Sc_2O_3$  و تتراگونالیته ۱/۰۰۶۴ بدون حضور فاز مکعبی حاصل از افزایش مقدار دوپانت، به‌عنوان جایگزینی مناسب برای YSZ رایج انتخاب و معرفی شود.

#### ۴- نتیجه‌گیری

ترکیبات ScCeSZ نانو ساختار به‌وسیله‌ی روش سل-ژل پلیمری سنتز شدند. ترکیبات در  $1400^{\circ}C$  برای ۲۵ ساعت عملیات حرارتی شده و پایداری فازی آن‌ها با یکدیگر و با YSZ نانو ساختار تجاری مقایسه شد. برای ترکیبات سنتز شده ۲۰٪ مولی  $CeO_2$  و بین ۳/۶٪ تا ۸٪ مولی  $Sc_2O_3$  به کار برده شده است. وجود فاز تتراگونال استحاله‌ناپذیر در هر ۶ ترکیب به اثبات رسید. مقدار فاز منوکلنیک به‌عنوان مقیاسی از تخریب پایداری فازی ترکیب‌هاست و برای YSZ نانو ساختار تجاری ۴/۸٪ فاز منوکلنیک مشاهده شده است در حالی که برای CSZ این مقدار به ۱/۶٪ می‌رسد و ScCeSZ فاز منوکلنیک مشاهده نشده است.  $CeO_2$  با کاهش اندازه بلور، استحاله به سمت منوکلنیک را سرکوب می‌کند.  $Sc_2O_3$  با افزایش جای خالی اکسیژنی مقدار تتراگونالیته را کاهش و پایداری حرارتی را افزایش می‌دهد. در مقدار بالای  $Sc_2O_3$  دوپ شده در شبکه‌ی زیرکونیا، فاز مکعبی نیز در حال شکل‌گیری است که در چرخه حرارتی عملکرد ضعیفی دارد بنابراین ترکیب با ۴/۷۸٪ مولی  $Sc_2O_3$  با تتراگونالیته ۱/۰۰۶۴ بدون حضور فاز مکعبی حاصل از افزایش مقدار دوپانت، به‌عنوان ترکیب بهینه به لحاظ عملکرد حرارتی و پتانسیل مناسب برای جایگزینی با YSZ رایج انتخاب می‌شود.

#### ۵- تشکر و قدردانی

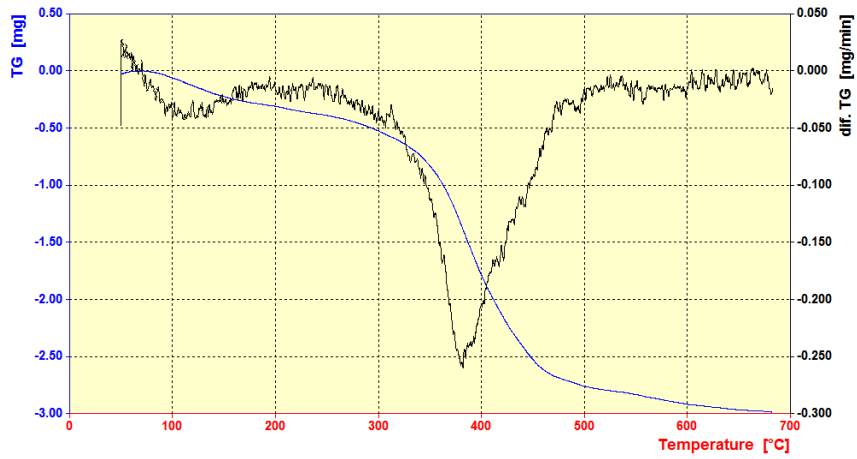
از دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم و تحقیقات ساختمان شیخ بهایی آزمایشگاه نانو آپتو الکترونیک بابت در اختیار قرار دادن تجهیزات لازم برای این پروژه تشکر و قدردانی به عمل می‌آید.

#### ۶- مراجع

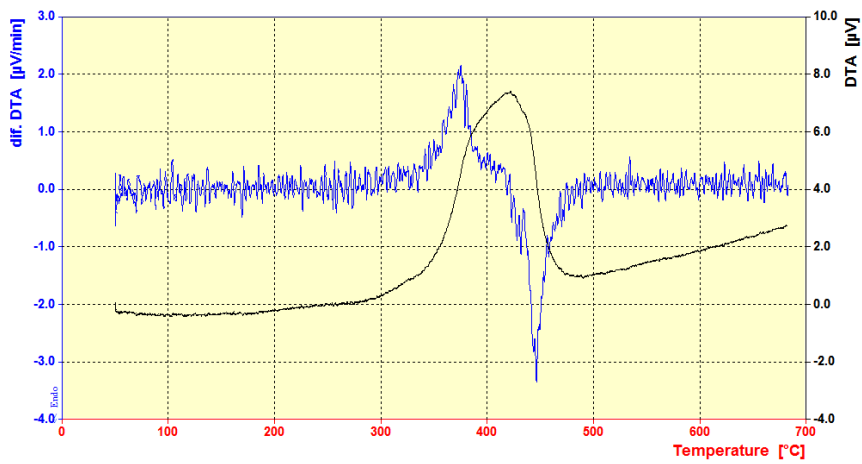
- [1] Curt H. Liebert and Francis S. Stepka, Industry Tests of NASA Ceramic Thermal Barrier Coating, NASA Technical Paper 1425, 1979.
- [2] Robert Vaßen, Maria Ophelia Jarligo, Tanja Steinke, Daniel Emil Mack, Detlev Stöver, Surface & Coatings Technology 205 (2010) 938-942
- [3] X.Q. Cao, R. Vassen, D. Stoeber, " Ceramic materials for thermal barrier coatings " J. Eur. Ceram. Soc. 24, 2004.

- [4] Mohammad Reza Loghman-Estarki, Reza Shoja Razavi, Hossein Edris, Mousa Pourbafrany, Hossein Jamali, Reza Ghasemi, " Life time of new SYSZ thermal barrier coatings produced by plasma spraying method under thermal shock test and high temperature treatment" *Ceramics International* 40, 1405–1414, 2014.
- [5] Dongming Zhu, Robert A. Miller, " Development of Advanced Low Conductivity Thermal Barrier Coatings " *Int. J. Appl. Ceram. Technol*, 1, 86-94, 2004.
- [6] Hossein Jamali, Reza Mozafarinia, Reza Shoja Razavi, Raheleh Ahmadi-Pidani, " Comparison of thermal shock resistances of plasma-sprayed nanostructured and conventional yttria stabilized zirconia thermal barrier coatings " *Ceramics International* 38, 6705–6712, 2012.
- [7] Robert L. Jones, Richard F. Reidy, Derek Mess, " Scandia, yttria-stabilized zirconia for thermal barrier coatings" *Surface and Coatings Technology* 82, 70-76, 1996.
- [8] Huaifei Liu a,b, Songlin Li a,\* , Qilian Li b, Yongming Li, Investigation on the phase stability, sintering and thermal conductivity of Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–ZrO<sub>2</sub> for thermal barrier coating application, *Materials and Design* 31 2972–2977 (2010).
- [9] Robert L. Jones, Richard F. Reidy, Derek Mess, Scandia, yttria-stabilized zirconia for thermal barrier coatings, *Surface and Coatings Technology* 82, 70-76, (1996).
- [10] Giovanni Di Girolamo, Caterina Blasi, Monica Schioppa, Leander Tapfer, Structure and thermal properties of heat treated plasma sprayed ceria–yttria co-stabilized zirconia coatings, *Ceramics International* 36 961–968, (2010).
- [11] C'eline Viazzi, Jean-Pierre Bonino, Florence Ansart, Antoine Barnab'e, Structural study of metastable tetragonal YSZ powders produced via a sol–gel route, *Journal of Alloys and Compounds* 452, 377–383(2008).
- [12] Mohammad Reza Loghman-Estarki, Hossein Edris, Reza Shoja Razavi, Large scale synthesis of non-transformable tetragonal Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> doped ZrO<sub>2</sub> nano powders via the citric acid based gel method to obtain plasma sprayed coating, *Ceramics International* 39 7817–7829, (2013).
- [13] G.H Stout, L.H. Jensen, X-Ray Structure Determination, 2nd edition, John Wiley and Sons, New York, 1989.
- [14] J. R. Brandon, R. Taylor, Phase stability of zirconia-based thermal barrier coatings Part I. Zirconia—yttria alloys, *Surface and Coatings Technology* 46, 75—90 (1991).
- [15] Mohammad Reza Loghman-Estarki, Morteza Hajizadeh-Oghaz, Hossein Edris, Reza Shoja Razavi, Comparative studies on synthesis of nano crystalline Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> doped zirconia (SYDZ) and YSZ solid solution via modified and classic Pechini method, *CrystEngComm*, 15, 5898-5909, (2013).
- [16] G.C.C. Costa, R. Muccillo, Comparative studies on properties of scandia-stabilized zirconia synthesized by the polymeric precursor and the polyacrylamide techniques, *Journal of Alloys and Compounds* 503, 474–479 (2010).
- [17] Mohammad Reza Loghman-Estarki, Reza Shoja Razavi, Hossein Edris, Synthesis and Thermal Stability of Nontransformable Tetragonal (ZrO<sub>2</sub>)<sub>0.96</sub>(REO<sub>1.5</sub>)<sub>0.04</sub> (RE=Sc<sup>3+</sup>, Y<sup>3+</sup>) Nanocrystals, *Defect and Diffusion Forum Vols. 334-335*, pp 60-64, (2013)
- [18] M.A. Borik, V.T. Bublik, A.V. Kulebyakin, E.E. Lomonova, F.O. Milovich, V.A. Myzina, V.V. Osiko, S.V. Seryakova, N.Y. Tabachkova, Change in the phase composition, structure and mechanical properties of directed melt crystallised partially stabilised zirconia crystals depending on the concentration of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, *Journal of the European Ceramic Society*, 2014.
- [19] S.A. Tsipas, Effect of dopants on the phase stability of zirconia-based plasma sprayed thermal barrier coatings, *Journal of the European Ceramic Society* 30, 61–72, (2010).
- [20] Huaifei Liu, Songlin Li, Qilian Li, Yongming Li, Investigation on the phase stability, sintering and thermal conductivity of Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–ZrO<sub>2</sub> for thermal barrier coating application, *Materials and Design* 31 (2010) 2972–2977
- [21] G. Effenberg and S. Ilyenko, Ternary Alloy Systems, Landolt-Börnstein, Numerical Data and Functional Relationships in Science and Technology, Group IV: Physical Chemistry Volume 11, Springer (2010)
- [22] J. R. Brandon, R. Taylor, Phase stability of zirconia-based thermal barrier coatings Part II. Zirconia—ceria alloys, *Surface and Coatings Technology*, 46 91—101 (1991).
- [23] Robert L. Jones, Derek Mess, Improved tetragonal phase stability at 1400°C with scandia, yttria-stabilized zirconia, *Surface and Coatings Technology* 86-87, 94-101 (1996).
- [24] C'eline Viazzi, Jean-Pierre Bonino, Florence Ansart, Antoine Barnab, Structural study of metastable tetragonal YSZ powders produced via a sol–gel route, *Journal of Alloys and Compounds* 452 377–383 (2008).
- [25] R.C. Garvie, *J. Phys. Chem.* 82, 218 (1978)
- [26] M. Rezaei, S. M. Alavi, S. Sahebdehfar, Zi-Feng Yan, Synthesis of ceria doped nanozirconia powder by a polymerized complex method, *J Porous Mater* 16, 497–505, (2009).

شانزدهمین سمینار ملی مهندسی سطح



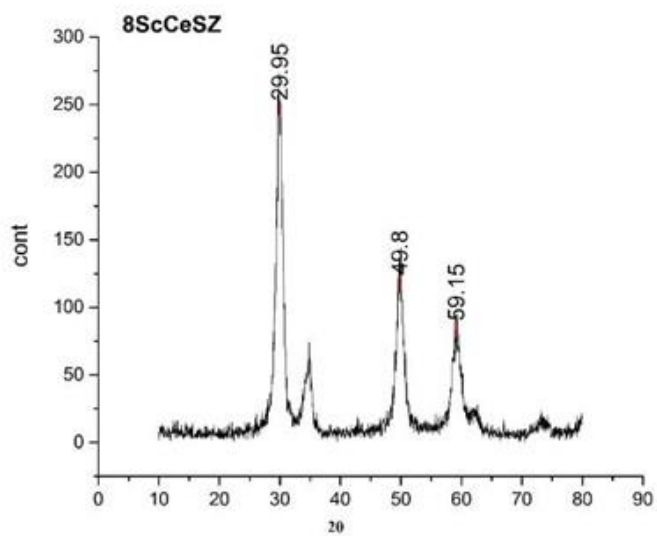
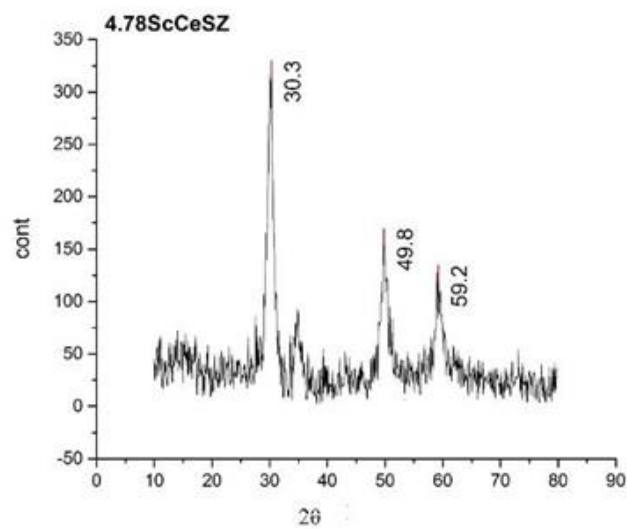
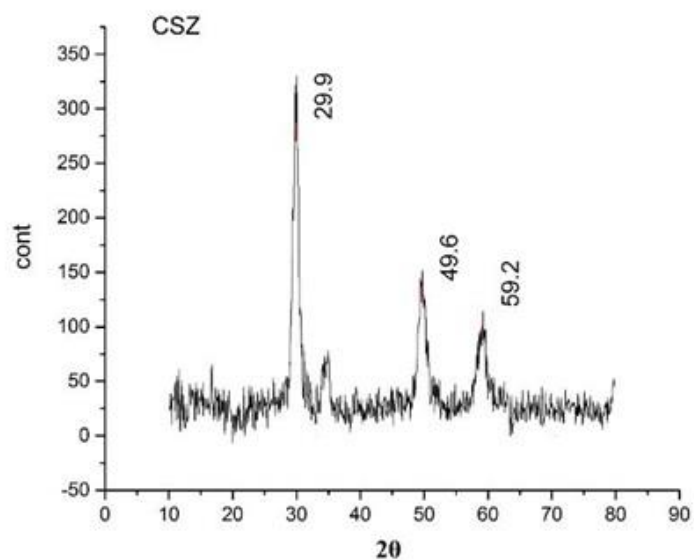
الف



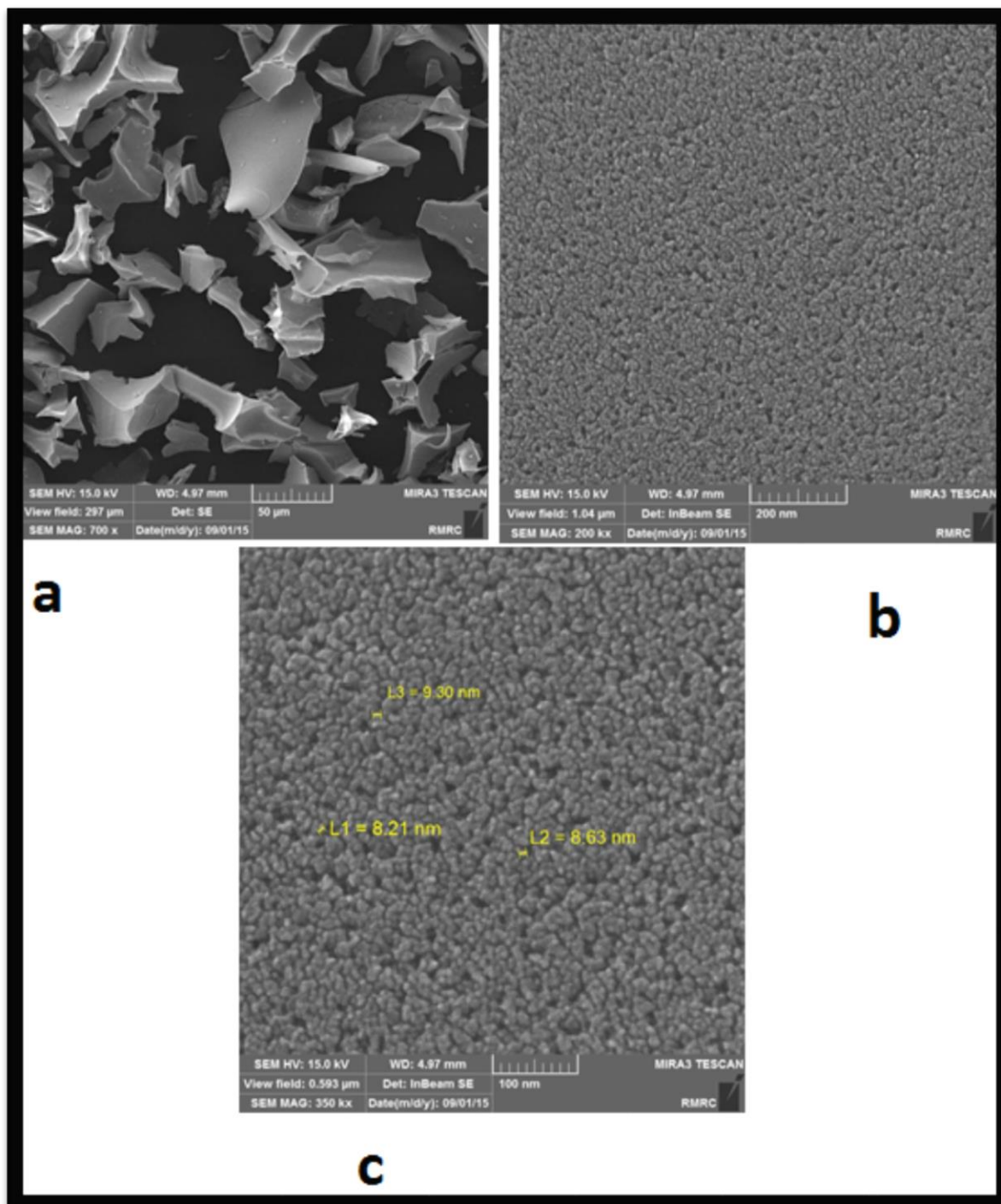
ب

شکل (۱): آنالیز حرارتی هم‌زمان برای ژل ScCeSZ، الف: DTA/DDTA، ب: TG/DTG

سنتر و بررسی پایداری حرارتی زیرکونیا پایدار شده با اسکاندیوم و سریا...



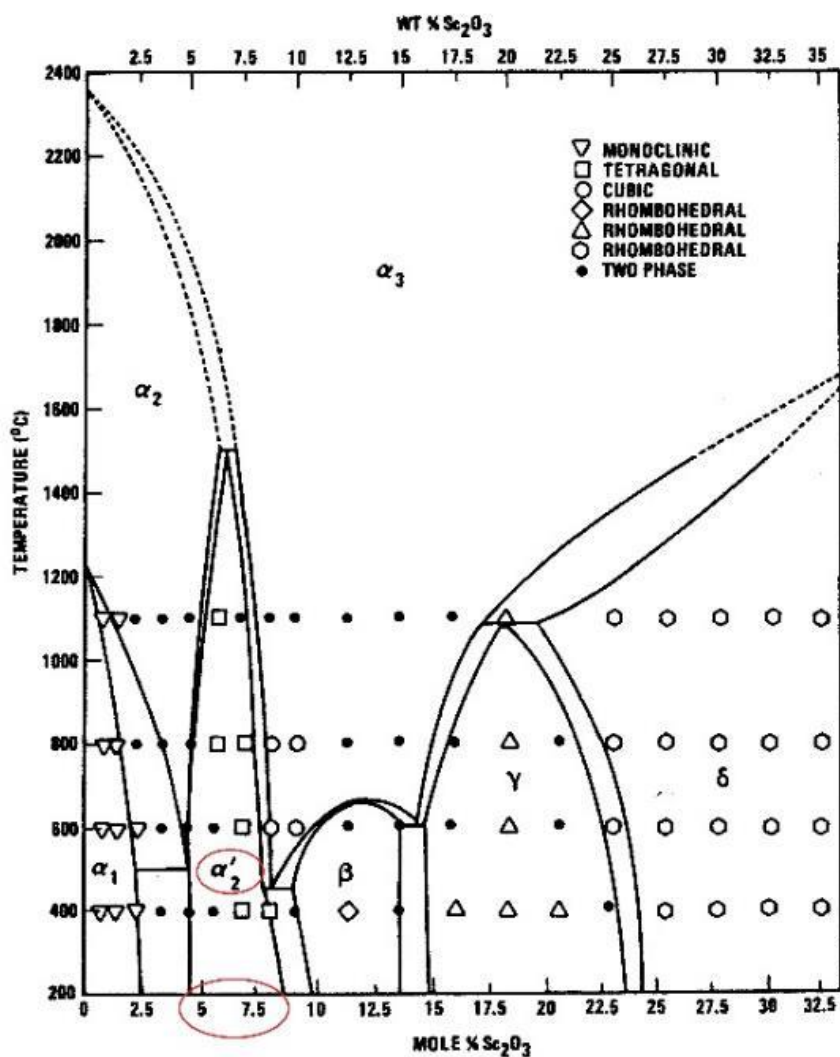
شکل (۲): نمودار XRD برای نمونه‌ها کلسینه شده در  $700^{\circ}\text{C}$ .



شکل (۳): تصویر FE-SEM از نانو پودر ScCeSZ کلسینه شده در  $700\text{ C}^\circ$ : a: آگلومره های نانو پودر کلسینه

شده، b: زیتر اولیه ذرات پودر نانو ساختار ScCeSZ، c: اندازه ذرات نانو پودر ScCeSZ

سنتر و بررسی پایداری حرارتی زیرکونیا پایدار شده با اسکاندیا و سریا....

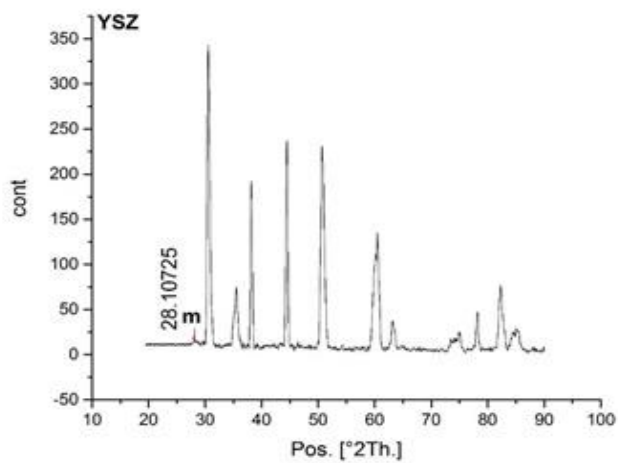
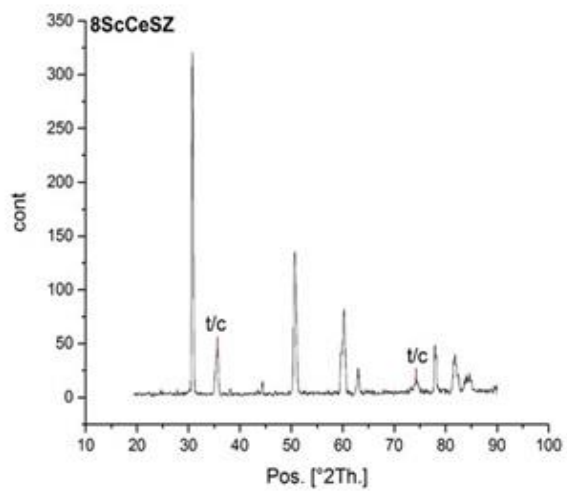
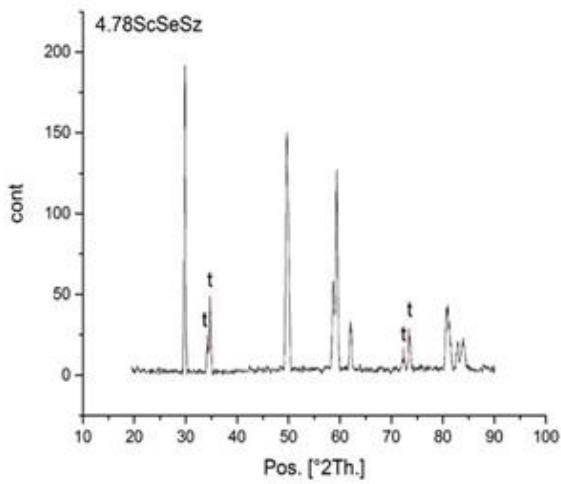
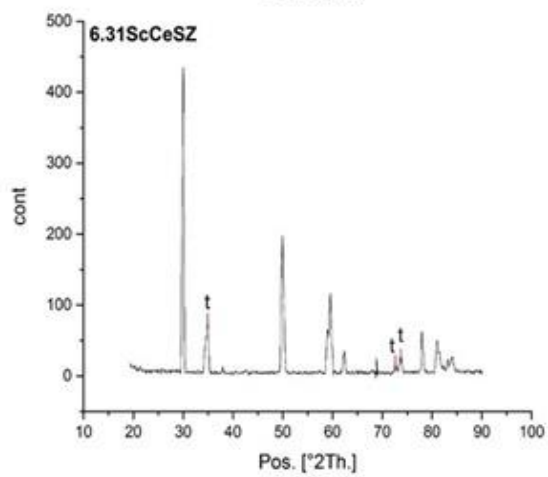
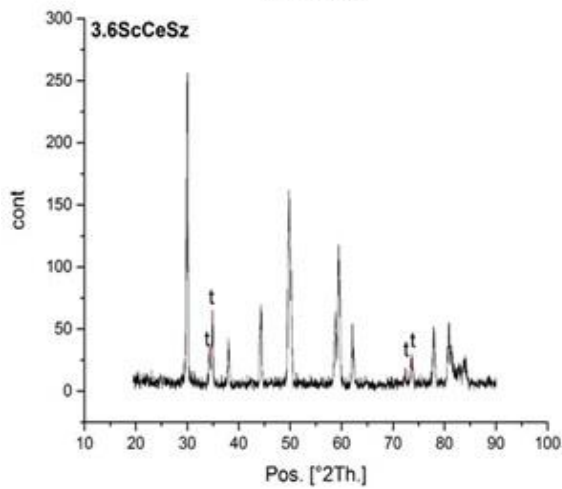
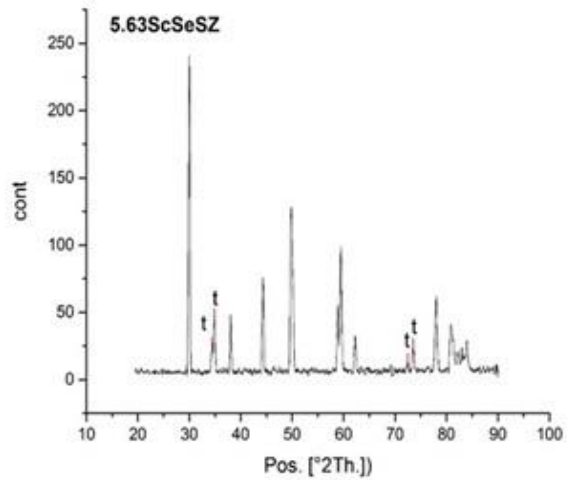
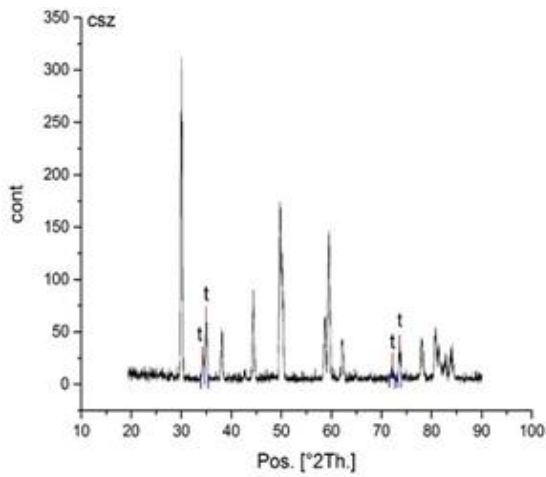


شکل (۴): نمودار فازی تعادلی برای  $ZrO_2-Sc_2O_3$ ، فاز  $\alpha'_2$  نشان داده شده در شکل برابر با فاز تتراگونال غیر قابل

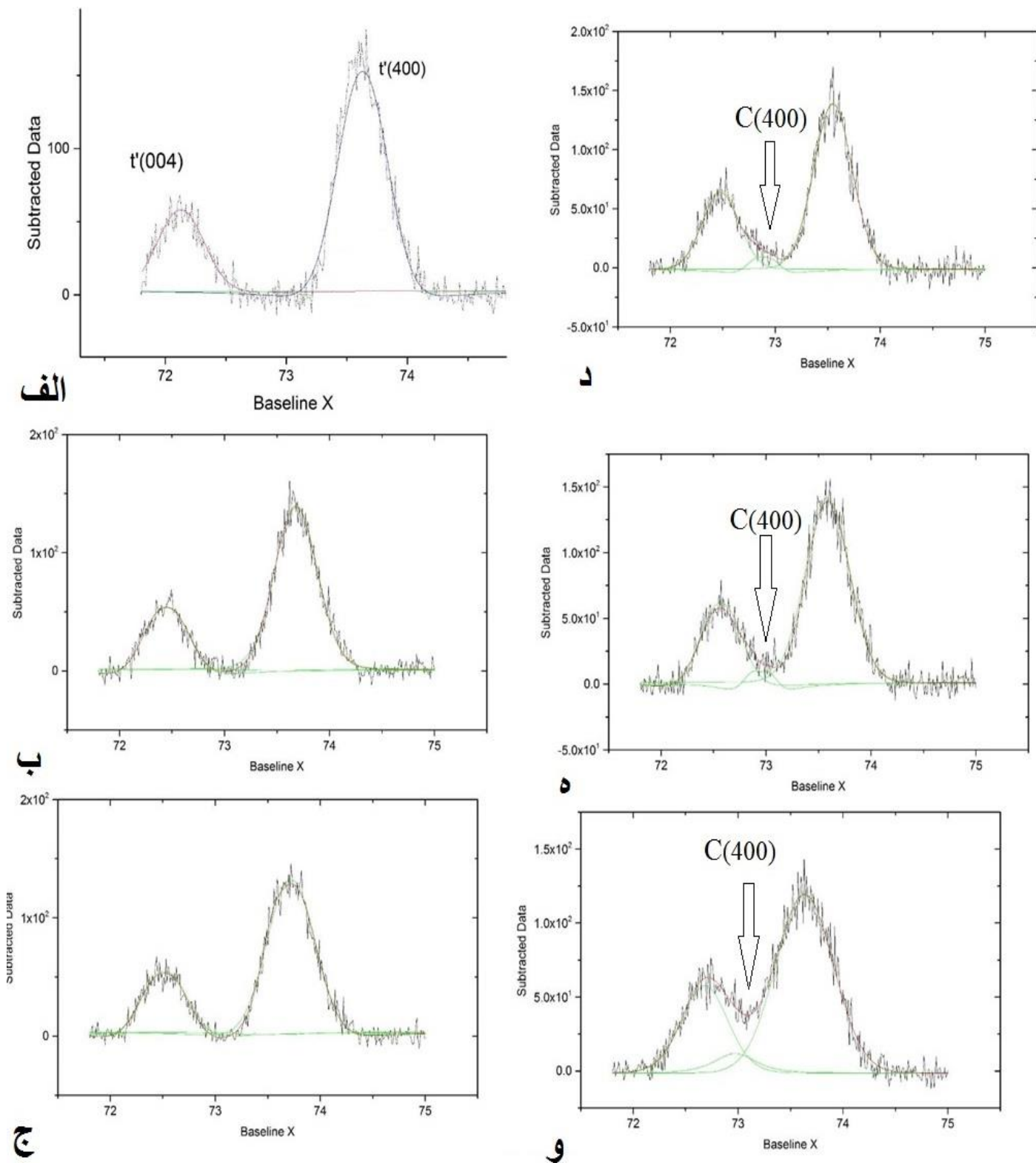
استحاله در نظر گرفته شده است [۲۰].



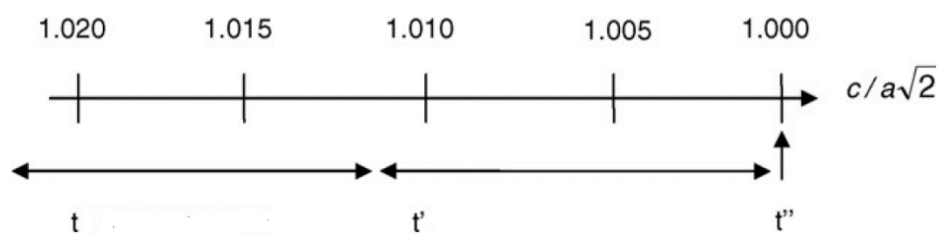
شانزدهمین سمینار ملی مهندسی سطح



شکل (۵): نمودار XRD برای ترکیب‌های سنتز شده و عملیات حرارتی شده در  $1400^{\circ}\text{C}$ .



شکل (۶): نمودار XRD با سرعت پایین برای نمونه‌های عملیات حرارتی شده در  $1400^{\circ}\text{C}$  در محدوده زاویه  $72^{\circ}$  -  $75^{\circ}$ .



شکل (۷) - اندازه تراگونالیته برای تشخیص ساختارهای تراگونال [۲۴].

جدول (۱): ترکیب نمونه‌های آماده شده برای بررسی ساختار فازی پس از عملیات حرارتی.

	SC <sub>2</sub> O <sub>3</sub> % mol	ceO <sub>2</sub> % mol	اندازه بلور	تراگونالیته	مقدار فاز منوکلنیک
S1	-	% ۲۰	17.1nm	۱,۰۰۸۱	% ۱,۶۸
S2	% ۳/۶	% ۲۰	21.4nm	۱,۰۰۶۵	-
S3	% ۴/۷۸	% ۲۰	21.4nm	۱,۰۰۶۴	-
S4	% ۵/۶۳	% ۲۰	19nm	۱,۰۰۵۶	-
S5	% ۶/۳۱	% ۲۰	13.2nm	۱,۰۰۵۴	-
S6	% ۸	% ۲۰	15.6nm	۱,۰۰۵۰	-
YSZ	-	-	21.4nm	-	% ۴,۸۴