

سنتز پودر کامپوزیت نانو ساختار آلومینا - زیرکونیا به روش سنتز خوداحتراقی دما بالای فعال شده‌ی مکانیکی با مد انفجار حرارتی

سمیه اصغرپور^۱، محمدرضا واعظی^{۲*}، سید علی طیبی فرد^۲

^۱ دانشجوی کارشناسی ارشد، پژوهشگاه مواد و انرژی

^۲ استادیار، پژوهشگاه مواد و انرژی

تاریخ ثبت اولیه: ۹۱/۱۰/۴، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۹۱/۱۱/۳، تاریخ پذیرش قطعی: ۹۱/۱۱/۱۵

چکیده در این تحقیق کامپوزیت نانوساختار $Al_2O_3-ZrO_2$ با استفاده از پودر آلومینیوم و زیرکونیای صنعتی به عنوان ماده‌ی اولیه ارزان قیمت به روش سنتز خود احتراقی دما بالا همراه با فعالسازی مکانیکی تولید شد. به منظور مشخصه‌یابی محصولات از پراش پرتو ایکس (XRD) و میکروسکوپ الکترونی رومشی (SEM) استفاده شد. مخلوط اولیه با نسبت استوکیومتری به مدت زمان‌های ۱، ۳، ۶ و ۹ ساعت آسیاکاری شد. پس از ۱ ساعت آسیاکاری، نمونه‌ها در رآکتور احتراق با اتمسفر اکسیژن قابلیت سنتز پیدا کردند. با اندازه‌گیری دانه‌های فازهای سنتز شده، مشخص شد که متوسط اندازه دانه‌های محصول ۲۵ نانومتر می‌باشد. با افزایش زمان آسیاکاری به ۳ ساعت، پیک‌های مربوط به فاز زیرکونیای تراگونال در نمونه‌ی سنتز شده شدت بیشتری یافت. با ادامه دادن آسیاکاری تا مدت زمان ۶ ساعت، فاز زیرکونیای مکعبی در نمونه‌های سنتز شده مشاهده شد و با ۹ ساعت آسیاکاری قبل از سنتز، تغییر فاز و تغییر ترکیب در محصول آسیاکاری مشاهده شد.

واژه‌های کلیدی: کامپوزیت نانوساختار، آلومینا، زیرکونیا، سنتز خود احتراقی دما بالای فعال شده مکانیکی، آسیاکاری

Synthesis of $Al_2O_3 - ZrO_2$ nanocomposite By Mechanical Activated Self-propagating High-temperature Synthesis with thermal explosion mode

S. Asgharpour¹, M. Vaezi^{*1} and S.A. Tayebifard¹

¹ Material and Energy Research Center (MERC), Karaj, Iran.

Abstract In this study nanocomposite of $Al_2O_3-ZrO_2$ was produced by Mechanically Activated Self propagating High-temperature Synthesis (MASHS) using aluminium powder and industrial zirconia as inexpensive starting materials. To find the specifications of the products X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM) were used. The initial mixture with the ratio of Stoichiometry was milled for 1, 3, 6 and 9 hours. After 1 hour of milling, samples were capable of Synthesising in furnace at oxygen atmosphere. By Measuring the grains of synthesised phases showed that average size of the grains of product were 25 nm. By increasing milling time to 3 hours, the peaks of tetragonal zirconia in synthesised sampel were intensified more. By continuing the milling to 6 hours the phase of cubic zirconia was observed in synthesised sampels. and by 9 hours milling before synthesis, phase changes and change in the composition in milling product was observed.

Keyword: nanocomposite, alumina, zirconia, Mechanical activated Self propagating High-temperature Synthesis, milling.

عهده‌دار مکاتبات

تلفن: پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج، کد پستی: ۴۷۷۷-۱۴۱۵۵

تلفن: ۰۲۶-۳۶۲۰۴۱۳۱، دورنگار: - پیام‌نگار: vaezi9016@yahoo.com

۱- مقدمه

آلومینا به عنوان اکسید فلزی دارای خواص ویژه‌ای است. از جمله این خواص می‌توان به سختی زیاد، عایق الکتریکی خوب، استحکام بالا، ضریب انبساط حرارتی کم و مقاومت به سایشی بالا اشاره کرد [۱]. آلومینا را می‌توان در پایه‌های مدار الکترونیک، ابزار سایشی، گلوله‌های آسیاب، فیلترها و ممبران‌ها، ایمپلنت-های بیوسرامیکی و پایه کاتالیست به کار برد [۲]. یکی از کامپوزیت‌های پرکاربرد کامپوزیت $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ است که به عنوان پوشش‌های مانع حرارت در توربین‌های گازی [۳]، حسگر اکسیژن و سرامیک‌های چقرمه [۴ و ۵] مورد استفاده قرار می‌گیرد. تحقیقات نشان داده است که افزودن فاز ZrO_2 به آلومینا می‌تواند باعث بهبود خواص مکانیکی و همچنین بهبود مقاومت به شروع و پیشرفت ترک با مکانیزم‌های مختلف شود [۶].

آسیاب انرژی بالا، هیدروترمال، مکانوشیمیایی، سل-ژل، سنتز کولیمر و خشک کردن انجمادی روش‌های دیگری برای سنتز نانوکامپوزیت‌ها هستند که مشکل عمده‌ی این روش‌ها، طولانی بودن فرآیند و یا مشکلات رسیدن به ترکیب فاز محصول مورد نظر، است. سنتز خود انتشار دما بالا (SHS) روشی مؤثر برای ذخیره‌ی انرژی برای سنتز انواع مواد پیشرفته است [۷] و از طرفی بر دو مشکل فوق‌الذکر فائق آمده است. اخیراً ترکیب دو فرآیند آسیاکاری و SHS منجر به انجام سریعتر و بهتر فرآیندهای احتراقی شده است. اشاره به این نکته حائز اهمیت است که SHS به تنهایی بدلیل تحمیل درجه حرارت‌های بسیار بالا (اگرچه در زمان‌های کوتاه) معمولاً توانایی ایجاد ترکیبات با ساختارهای نانو را ندارد و می‌بایست با روش‌های کمکی مثل فعال سازی مکانیکی ترکیب شود. در طول آسیاکاری ذرات بصورت پولکی در می‌آیند، شکسته می‌شوند و جوش می‌خورند. این فرآیند منجر به کاهش اندازه دانه، تولید تنش باقیمانده و تغییر فاز می‌شود، که اهمیت به سزایی روی کینتیک واکنش‌های احتراقی دارد [۸]. در این پژوهش برای تولید کامپوزیت

نانوساختار از مواد ارزان قیمت ZrO_2 صنعتی و پودر آلومینیوم از روش سنتز خود انتشار دما بالای فعال سازی مکانیکی شده (MASHS) که ترکیبی از سنتز احتراقی و آلیازسازی مکانیکی است، استفاده شده است. عملیات آسیاکاری تا زمانی ادامه پیدا می‌کند که مواد اولیه واکنشگر در طول آسیاکاری، محصول جانبی تشکیل ندهند.

۲- نحوه انجام آزمایش

در این تحقیق مواد اولیه شامل ZrO_2 صنعتی و پودر آلومینیوم از شرکت Fluka (No.06140) تهیه شد. مشخصات پودرهای مصرفی در جدول ۱ آورده شده است. در ابتدا پودرهای اولیه با نسبت استوکیومتری توزین شده، در داخل محفظه‌های فولادی دستگاه آسیای گلوله‌ای سیاره‌ای ساخت شرکت Retsch آلمان (مدل 100PM) ریخته و به مدت زمان‌های مختلف ۱، ۳، ۶ و ۹ ساعت آسیاکاری شدند. نسبت وزنی گلوله به پودر ۱:۵ بود. در حین فعالسازی مکانیکی از گاز آرگون استفاده شد و محفظه توسط واشر لاستیکی به دقت آب‌بندی شد. پس از فعالسازی مکانیکی، از نمونه‌های ۶ و ۹ ساعت آسیاکاری، آنالیز XRD گرفته شد.

سپس پودرهای آسیا شده با فشار ۵۰ MPa پرس شدند (تا هم پیوستگی مطلوب جهت انجام فرآیند SHS را داشته باشند و هم تخلخل مناسب جهت نفوذ گاز اکسیژن به قسمت مرکز نمونه) و بر روی زیرپایه گرافیتی قرار گرفته و در رآکتور احتراق با دمای 750°C (در دمای کمتر از 700°C نمونه سنتز نمی‌شود) در اتمسفر اکسیژن قرار داده شد. به منظور تشخیص نوع فازهای بدست آمده در نمونه‌های سنتز شده و اندازه‌گیری کریستالیت‌ها از دستگاه دیفرانکومتر اشعه ایکس فیلیپس مدل ۳۷۱۰ pw با پرتو $\text{Cu K}\alpha$ استفاده شد و برای بررسی ریزساختار نمونه‌ها از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل VEGA\TESCAN استفاده گردید.

جدول ۱. مشخصات مواد اولیه مصرفی

پودر	وزن (gr/cm ³) مخصوص	درصد خلوص	دانه‌بندی (μm)
دی‌اکسید زیرکونیوم	۵/۶۸	۹۹	<۳۰۰
آلومینیوم	۲/۷	۹۹	۲۰۰-۱۰۰

۳- بحث و نتایج

۳-۱- فعالسازی مکانیکی

در این مرحله به منظور حصول اطمینان از عدم تشکیل فازهای ناخواسته در عملیات فعالسازی مکانیکی از نمونه‌ی پودری ۶ و ۹ ساعت آسیاکاری شده، آنالیز XRD گرفته شد. نتایج آنالیز XRD (شکل ۱) نشان داد که در نمونه‌ی ۶ ساعت آسیاکاری، هیچ فاز ناخواسته‌ای به هنگام آسیاکاری تشکیل نشده است و تنها پیک‌های مربوط به فاز ZrO_2 و Al مشاهده می‌گردد، اما در (شکل ۱) نمونه‌ی ۹ ساعت آسیاکاری نتایج پراش اشعه ایکس گویای یک تغییر فاز و تبدیل قسمتی از Al به Al_2O_3 است. پس می‌توان گفت با ۹ ساعت آسیاکاری پیک‌های مربوط به Al_2O_3 بوجود آمده است و از طرفی، مقدار گرمای آزاد شده از واکنش اکسیداسیون Al صرف یک تغییر فاز در ZrO_2 شده و مقداری از آن، از فاز مونوکلینیک به فاز تراگونال استحاله پیدا کرده است.

چندین روش برای محاسبه متوسط اندازه دانه با استفاده از طیف پیک‌های بدست آمده از آنالیز XRD وجود دارد. شرر^۱، ویلیامسون-هال^۲، وارن آوریخ^۳ و ریتولد^۴ [۹] از جمله این روش‌ها هستند.

بعد از زمان ۶ ساعت آسیاکاری با استفاده از روش Rietveld [۱۰] اندازه دانه‌های فاز Al و ZrO_2 و کرنش

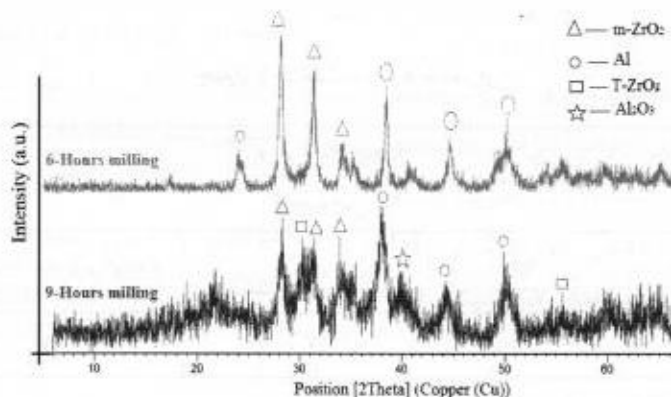
شبکه محاسبه گردید و نتایج آن در جدول ۲ آورده شده است.

فعالسازی مکانیکی را می‌توان با دو نوع مکانیزم توضیح داد [۱۱]:

۱. نفوذ تدریجی اجزاء و تشکیل بیشتر محصولات با افزایش زمان آسیاکاری.
۲. تولید ناگهانی محصولات در یک دوره کوتاه از زمان آسیاکاری^۵ (MSR).

علت اینکه نفوذ اتم‌ها در دمای محیط و در حین آلیاژسازی مکانیکی صورت می‌گیرد را می‌توان چنین بیان کرد که در اثر اعمال نیرو از طرف گلوله‌ها به ذرات پودر، ذرات دچار تغییر شکل شده و مرتباً تحت پهن شدگی، جوش سرد، شکست و جوش دوباره قرار می‌گیرند. در اثر جوش سرد و شکست مکرر، به مرور ساختار ریزتر شده و در نتیجه، فاصله‌ی بین لایه‌ای کاهش می‌یابد و از طرفی افزایش موضعی دما در حین برخورد ذرات منجر به افزایش سرعت نفوذ در ساختار یکدیگر می‌شود [۱۲].

1. Scherrer
2. Williamson-Hall
3. Warren Averbach
4. Rietveld Refinement Method



شکل ۱. طیف XRD از مخلوط پودرهای فعال شده ی مکانیکی به مدت زمان‌های ۶ و ۹ ساعت از پودرهای زیرکونیا و فلز آلومینیوم (Δ زیرکونیای مونوکلینیک، \square زیرکونیای تراگونال، \star آلومینا و \circ آلومینیوم)

جدول ۲. محاسبه متوسط اندازه دانه و کرنش شبکه در زمان ۶ ساعت آسیابکاری با استفاده از روش Rietveld

ماده	کرنش شبکه (%)	متوسط اندازه دانه (نانومتر)
Al	۰/۰۳۳	۲۳
ZrO ₂	۰/۰۰۱	۱۶

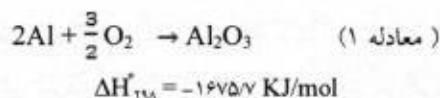
۲-۳- اصول ترمودینامیکی

$$(\Delta G_{T_{RH}}^{\circ} = -1690.78 \text{ KJ/mol})$$

این مقدار منفی، امکانپذیری واکنش را از لحاظ ترمودینامیکی حتی در دماهای پایین تأیید می‌کند. داده‌های ترمودینامیکی در جدول ۲ برای محاسبه دمای آدیاباتیک آورده شده است. مقدار دمای آدیاباتیک 7021°C محاسبه شده، که بیشتر از مقدار بحرانی (1800K) برای وقوع واکنش‌های خود انتشار است [۱۳]. پس می‌توان نتیجه گرفت واکنش فوق بصورت خود انتشاری قابل انجام است و تنها بایستی انرژی اکتیواسیون اولیه که بصورت مکانیکی یا حرارتی است، برای آن تأمین شود.

واکنش بین آلومینیوم با اکسیژن به صورت زیر انجام

می‌گیرد:



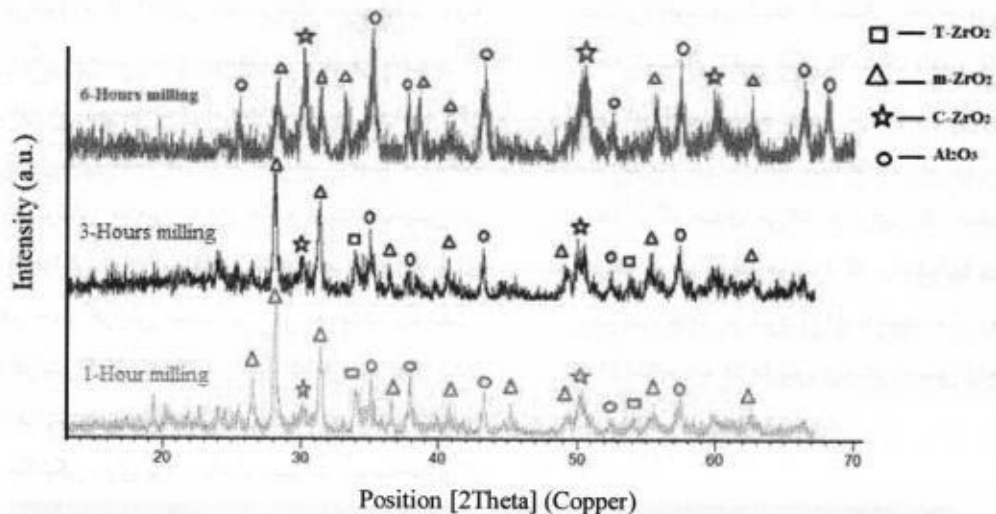
تغییر آنتالپی منفی واکنش نشان می‌دهد که این واکنش بسیار گرمازا است و از طرفی مقدار $\Delta G_{T_{RH}}^{\circ}$ طبق محاسبات ترمودینامیکی برای واکنش ۱ محاسبه شد.

جدول ۳. داده‌های ترمودینامیکی برای Al_2O_3 ، ZrO_2

ترکیب	محدوده دما (کلوین)	گرمای تشکیل استاندارد مولی $\Delta H^{\circ}(\text{KJ/mol})$	ظرفیت حرارتی مولی در فشار ثابت $\text{Cp}(\text{J/mol.K})$
Al_2O_3	۲۳۲۵ - ۲۹۸	-۱۶۷۵/۷	$106/6 + (17/8 \times 10^{-3} \times T) - (28/53 \times 10^{-5} \times T^2)$
ZrO_2	۱۴۷۸ - ۲۹۸	-۱۱۰۰/۸	$69/6 + (7/53 \times 10^{-3} \times T) - (14/06 \times 10^{-5} \times T^2)$
	۲۹۵۰ - ۱۴۷۸		۷۴/۴۸

موجی خود پیشرونده، سنتز شدند. آنالیز XRD (شکل ۲) از نمونه‌های سنتز شده، در مدت زمان‌های ۱، ۳ و ۶ ساعت گویای سنتز کامپوزیت $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ می‌باشد.

سپس پودرهای فعال شده بصورت پرس سرد، فشرده شدند. در مرحله‌ی آخر قرص‌ها در رآکتور احتراق در اتمسفر اکسیژن در دمای 750°C بصورت مد احتراقی



شکل ۲. طیف XRD از نمونه‌های ۱، ۳ و ۶ ساعت آسیابکاری و سنتز شده در رآکتور احتراق با دمای 750°C در اتمسفر اکسیژن
 Δ زیرکونیای مونوکلینیک، \square زیرکونیای تراگونال، \star زیرکونیای مکعبی و \circ آلومینا

مونوکلینیک با گروه فضایی P21/c تا حدود 1205°C پایدار است و در آن دما به فاز تراگونال با گروه فضایی P42/nmc تبدیل می‌شود. فاز تراگونال تا دمای 2377°C پایدار است و از آن پس فاز مکعبی با گروه فضایی Fm3m تا نقطه‌ی ذوب یعنی 2710°C فاز پایدار است [۱۴]. با ریزش بلورک‌های زیرکونیا در اثر آسیابکاری این تغییر فاز می‌تواند اتفاق بیفتد. مهمترین دلیل پایداری فازهای تراگونال و مکعبی خالص در دمای اتاق را به اختلاف در انرژی سطحی فازهای مختلف زیرکونیا مربوط دانسته‌اند. به عبارتی انرژی سطحی فاز تراگونال (γ_t) و فاز مکعبی (γ_c) کمتر از انرژی سطحی فاز مونوکلینیک (γ_m) است و با ریز شدن ذرات زیرکونیا تمایل به استحاله فازی فراهم می‌شود [۱۶-۱۵]. بر همین اساس اندازه بحرانی پایداری فاز تراگونال را کمتر از 30 nm گزارش کرده‌اند، به عبارت دیگر با بزرگتر شدن اندازه دانه به بیش از 30 nm تراگونال به مونوکلینیک تبدیل

۳-۳- تغییرات فازی حین فرآیند سنتز خود انتشار

در ابتدا که پودرها با هم مخلوط شدند نمونه‌ای بدون آسیابکاری در داخل رآکتور احتراق قرار گرفت مشاهده شد که با گذشت مدت زمان ۲ دقیقه هیچ سنتزی صورت نگرفت. پس از آن چنانچه در شکل ۲ مشاهده می‌شود در نمونه‌ی ۱ ساعت آسیابکاری فازهای آلومینا، زیرکونیای مونوکلینیک و مقدار ناچیزی زیرکونیای تراگونال و مکعبی سنتز شده است. با افزایش زمان آسیابکاری به ۳ ساعت شدت پیک‌ها افزایش می‌یابد. همانطور که در شکل ۲ قابل مشاهده است، در مدت زمان ۶ ساعت آسیابکاری شدت پیک‌های آلومینا و زیرکونیای مکعبی افزایش یافته و از طرفی شدت پیک زیرکونیای مونوکلینیک کاهش یافته است. علت این کاهش پیک را می‌توان این‌گونه بیان کرد: زیرکونیا سه پلی مورف دارد که عبارتند از: فاز مونوکلینیک، تراگونال و مکعبی. فاز

جمله تشکیل چگالی بالایی از نابعایی‌ها در ذرات پودر، افزایش مرزخانه‌ها، نقص در چیده شدن، افزایش کرنش موجود در شبکه کریستالی ذرات پودر می‌شود. تشکیل نابعایی‌ها و سایر نواقص کریستالی، اتم‌ها را از وضعیت تصادفی خود در شبکه کریستالی خارج می‌کند. بنابراین شبکه کریستالی تغییر شکل الاستیک داده و فاصله صفحات اتمی آن تغییر می‌کند. بدین ترتیب یک صفحه کریستالی مشخص، با زوایای پراش متفاوت اما نزدیک به هم در رابطه براگ صدق می‌کند و برای یک صفحه، پیک‌های نزدیک به هم گرفته می‌شود که برآیند آنها به صورت یک پیک پهن ظاهر می‌شود [۱۲]. با استفاده از روش Rietveld [۱۰] اندازه دانه فازها پس از سنتز تخمین زده شد، که نتایج در جدول ۴ آورده شده است.

خواهد شد [۴]. علاوه بر این گرمای شدیدی که از واکنش اکسیداسیون آلومینیوم با اکسیژن آزاد می‌شود (حدود $1675.7 \text{ KJ.mol}^{-1}$ در 993K) [۱۷]، دمای نمونه را بالا می‌برد و زیرکونیای مونوکلینیک تبدیل به فاز دما بالای مکعبی می‌شود و از آنجایی که سرعت سرد شدن نمونه بالاست دیگر فرصت تبدیل به فاز دیگری را ندارد و از طرفی وجود فاز آلومینا منجر به ایجاد تنش می‌شود که خود مانع از تبدیل فاز مجدد می‌شود، به همین جهت در دمای محیط، زیرکونیای مکعبی پایدار مانده است. همچنین در شکل ۲ با افزایش زمان آسیاکاری مشاهده می‌شود که پهنای پیک‌ها در حال افزایش است این امر به علت ریزش دانه‌ها و افزایش کرنش شبکه می‌باشد که موجب فعال شدن پودرها (افزایش انرژی داخلی) می‌گردد. در واقع انجام عملیات مکانیکی روی پودر، باعث تغییرات ریزساختاری از

جدول ۴. اندازه دانه بعد از سنتز MASHS بر حسب نانومتر

ترکیب	۱ ساعت آسیاکاری	۳ ساعت آسیاکاری	۶ ساعت آسیاکاری
Al_2O_3	۴۳	۳۷	۳۰
C-ZrO_2	---	---	۲۱
T-ZrO_2	۱۳	۱۱/۵	---
m-ZrO_2	۳۰	۲۶	۲۰

شکل ۳، تصویر SEM سطح شکست نمونه را یکنواخت نشان می‌دهد و همانطور که در تصاویر Back Scattered مشاهده می‌شود، دو فاز وجود دارد یک فاز سفیدرنگ و دیگری فاز زمینه. احتمالاً، نمونه در حین سنتز به دلیل بالابودن گرمای آزاد شده ناشی از اکسیداسیون فلز آلومینیوم (حدود $1675.7 \text{ KJ.mol}^{-1}$) [۱۷]، به مرحله‌ی ذوب رسیده و ذرات زیرکونیا (به دلیل نقطه ذوب بیشتر از آلومینا) در بستری از مذاب قرار گرفتند و پس از سرد شدن، رسوب کرده‌اند. پس می‌توان

با توجه به داده‌های جدول ۴ مشاهده می‌شود که نمونه‌های سنتز شده کامپوزیت نانوساختار $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ می‌باشند.

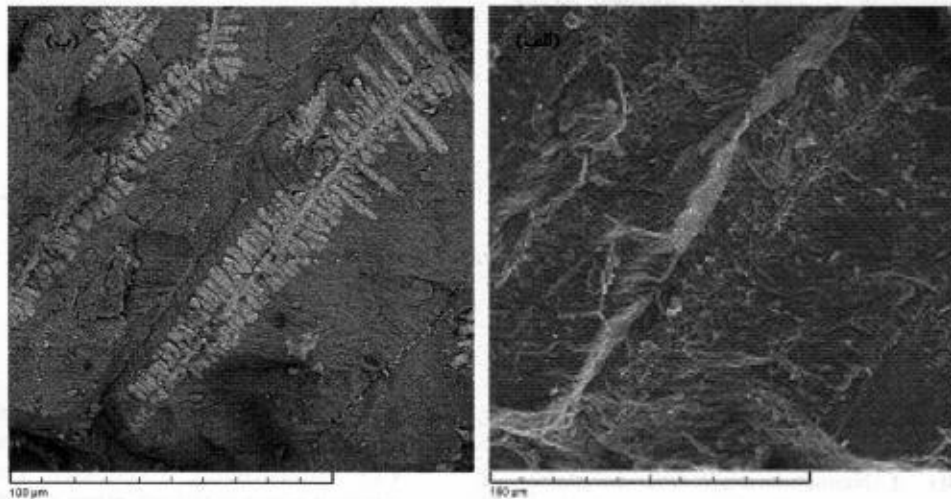
شکل ۳ تصویر SEM (شکل الف)، با مد الکترون ثانویه (SE) و تصویر ب همان تصویر با مد الکترون برگشتی (BSE) از سطح شکست نمونه‌ی سنتز شده پس از ۶ ساعت آسیاکاری را نشان می‌دهد.

1. Secondary Electron
2. Backscattered Electron

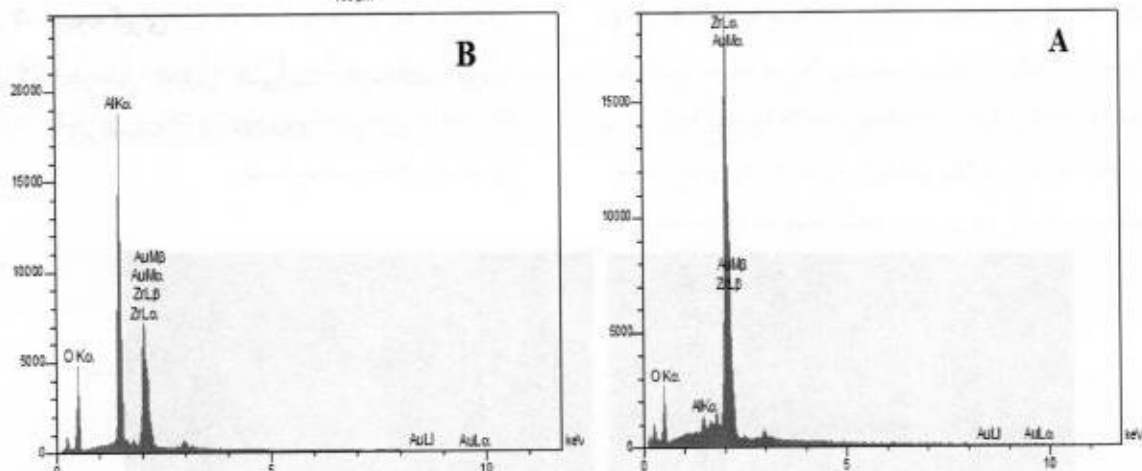
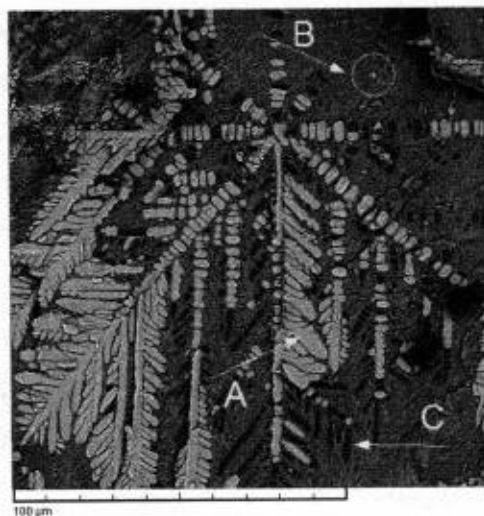
۲. مواد اولیه بایستی با نسبت مولی ۱ به ۱، و با نسبت گلوله به پودر ۵ به ۱ با هم مخلوط و آسیابکاری شوند تا فرآیند SHS انجام پذیر شود.
۳. با افزایش زمان آسیابکاری از ۱ به ۳ ساعت میزان استحاله‌ی زیرکونیای مونوکلینیک به تراگونال افزایش می‌یابد.
۴. با ۶ ساعت آسیابکاری تنها فازهای زیرکونیای مونوکلینیک و مکعبی در نمونه‌ها مشاهده شد.
۵. متوسط اندازه دانه‌ها با روش Rietveld، ۲۵ نانومتر تخمین زده شد.

۴- نتیجه‌گیری

۱. در این تحقیق کامپوزیت نانوساختار آلومینا - زیرکونیا با روش MASHS سنتز شد.



شکل ۳. تصویر SEM کامپوزیت نانوساختار $Al_2O_3-ZrO_2$ از سطح مقطع شکست (الف) مد SE (ب) مد BSE



شکل ۴. تصویر SEM مد Back Scattered از سطح مقطع شکست نمونه و آنالیز EDX از نقاط (A روشن و (B تیره موجود در تصویر SEM (BSE)

Directionally Solidified Eutectics", *J. Am. Ceram. Soc.*, 83 [11] (2000) 2745.

7. Mukasyan, A. S. and Dinka, P., "Novel Approaches to Solution-Combustion Synthesis of Nanomaterials", *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*, 16(1) (2007) 23.
8. McCauley, J.W. and Puszyński, J.A., "Historical Perspective and Contribution of US Researchers into the Field of Self-Propagating High-Temperature Synthesis (SHS)/Combustion Synthesis (CS)", *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*, 17(1) (2008) 58.
9. Klug, H. P. and Alexander, L.E., "X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials". 2nd ed., (1974) New York, Wiley.
10. Rietveld, H.M., "A profile refinement method for nuclear and magnetic structures", *Journal of Applied Crystallography*, (1969) 65.

مراجع

1. Auerkari, P., "mechanical and physical properties of engineering Alumina ceramics", VTT manufacturing Technology, *Technical research center of finland, espoo*, (1996).
2. http://www.vscht.cz/sil/keramika/Ceramic_Technology/SM-Lect-8-A.pdf.
3. Lugscheider, E., Bobzin, K., Eitzkorn, A., Syrakas, G. and Siry, C.W., *Adv. Eng. Mater.* 4 (2002) 919.
4. Yang, X.C. and Riehemann, a.W., "characterization of Al₂O₃-ZrO₂ nanocomposit powders prepared by laser ablation", *Scripta Materialia*, 45 (2001) 435.
5. Yang, X.C., Riehemann, a.W., Dubiel, b.M. and Hofmeister, a.H., "Nanoscaled ceramic powders produced by laser ablation", *Materials Science and Engineering B95* (2002) 299.
6. Jose', A. Pardo, Rosa I. Merino, Vi'ctor M. Orera, and Jose' I. Pen' a, "Piezospectroscopic Study of Residual Stresses in Al₂O₃-ZrO₂

11. Mossino, P., "Some aspects in self-propagating high-temperature synthesis", *Ceramics International*. 30 (2004) 311.
12. Suryanarayana, C., "Mechanical Alloying and Milling", *Progress in Materials Science*. 46 (2001) 1-184.
13. Yi, H. C. and Moore, J. J., "Review Self-Propagating High Temperature (Combustion) Synthesis (SHS) of Compacted Materials", *Journal of Materials Science*. 25 (1990) 1159.
14. Deb, A. K., Chatterjee, P. And Sen Gupta, S.P., "Synthesis and microstructural characterization of α -Al₂O₃-t-ZrO₂ composite powders prepared by combustion technique", *Materials Science and Engineering. A* 459 (2007) 124.
15. Pitcher, M. W., S.V.U., Navrotsky, A., Woodfield, B. F., Ggoates. J. B. and Tissue, B. M., "Energy Crossovers in Nanocrystalline Zirconia", *Journal of American Ceramic Society*. 88(1) (2005) 160.
16. Wang, J.W., "Critical Size of the Phase Transition from Cubic to Tetragonal in Pure Zirconia Nanoparticles", *American Chemical Society*. 3 (2003) 875.
17. Gaskell, D.R., "Introduction to Thermodynamics of Materials". 3rd ed. (1995).

Thermodynamic investigation of the oxidation of aluminum nitride powder

Mehdi Ghobadipour¹, Behzad Ghobadipour² and Saeed Behroozfar³ (Corresponding Author)

¹ Dept. Chemistry, U.S.A. (E-mail: mghobadipour@yahoo.com)

Abstract - Aluminum nitride (AlN) powder was oxidized in air at different temperatures (1000, 1100, 1200, 1300, 1400, 1500, 1600, 1700, 1800, 1900, 2000, 2100, 2200, 2300, 2400, 2500, 2600, 2700, 2800, 2900, 3000, 3100, 3200, 3300, 3400, 3500, 3600, 3700, 3800, 3900, 4000, 4100, 4200, 4300, 4400, 4500, 4600, 4700, 4800, 4900, 5000, 5100, 5200, 5300, 5400, 5500, 5600, 5700, 5800, 5900, 6000, 6100, 6200, 6300, 6400, 6500, 6600, 6700, 6800, 6900, 7000, 7100, 7200, 7300, 7400, 7500, 7600, 7700, 7800, 7900, 8000, 8100, 8200, 8300, 8400, 8500, 8600, 8700, 8800, 8900, 9000, 9100, 9200, 9300, 9400, 9500, 9600, 9700, 9800, 9900, 10000) and the weight loss was measured. The oxidation products were analyzed by X-ray fluorescence (XRF) and scanning electron microscopy (SEM). The results show that the oxidation of AlN powder was controlled by parabolic law. The activation energy of the oxidation process was determined to be 100 kJ/mol. The oxidation of AlN powder was also studied by thermodynamic analysis. The results show that the oxidation of AlN powder was thermodynamically favorable at all temperatures above 1000 K. The oxidation of AlN powder was also studied by thermodynamic analysis. The results show that the oxidation of AlN powder was thermodynamically favorable at all temperatures above 1000 K.

Keywords: Aluminum nitride, oxidation, thermodynamics, weight loss.