

تأثیر افزودن SiC بر خواص برقی‌های نانو کامپوزیت بر پایه ی ZnO زینتر شده در کوره ی میکروویو

- مانی آزادمند^{۱*}، علی نعمتی^۲، کاوه ارزانی^۳، نسترن ریاحی نوری^۴، تورج عبادزاده^۵
- ۱- کارشناسی ارشد، گروه سرامیک، واحد علوم و تحقیقات، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران
- ۲- دانشیار، گروه سرامیک، دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف، تهران، ایران
- ۳- استادیار، گروه سرامیک، واحد علوم و تحقیقات، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران
- ۴- استادیار، گروه پژوهشی مواد غیر فلزی، پژوهشگاه نیرو، تهران، ایران
- ۵- دانشیار، گروه سرامیک پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج، البرز، ایران
- * Mani_azadmard@yahoo.com
(تاریخ دریافت: ۹۲/۰۹/۱۲، تاریخ پذیرش: ۹۲/۱۰/۲۲)

چکیده

در تحقیق حاضر برای نخستین بار به بررسی اثر افزودن درصدهای مختلف SiC بر ریز ساختار و خواص الکتریکی برقی‌های بر پایه ی ZnO زینتر شده در کوره میکروویو پرداخته شد. به این منظور فرمول کلی مطابق فرمول شیمیایی برقی‌های بر پایه ی ZnO متداول انتخاب و SiC بین ۰ تا ۱۰ درصد وزنی جایگزین ZnO در فرمول گردید. جهت بررسی ریز ساختار نمونه ها از تصاویر میکروسکوپ الکترونی SEM، و برای بررسی توزیع عناصر از Map Scan استفاده شد. شناسایی فازها با استفاده از پراش اشعه X انجام شد. همچنین خواص برقی‌های نمونه ها توسط دستگاه آزمایش I-V اندازه گیری شد. مشاهده شد که افزودن SiC به ترکیب باعث جلوگیری از رشد دانه های ZnO خین زینترینگ می گردد. همچنین با افزودن SiC به ترکیب با ایجاد فاز ویلمیت خواص برقی‌های بهبود چشمگیری یافته و در ادامه با افزایش بیشتر درصد SiC، درصد تخلخل افزایش و در نتیجه خواص تقلیل یافت. بهترین خواص برقی‌های مربوط به نمونه های ساخته شده حاوی ۴ و ۶ درصد SiC بود. در این پژوهش به ولتاژ آستانه (V/cm) ۱۰۳۰۰، ضریب غیر خطی $\alpha=65$ و جریان نشتی $I_L=0.03$ (mA) دست یافته شد.

واژه‌های کلیدی:

برقی‌های، کوره میکروویو، نانو کامپوزیت، ZnO، SiC.

۱- مقدمه

خطوط انتقال و توزیع نیرو از ولتاژهای اضافی زودگذر، با منحرف کردن مسیر اضافه ولتاژ به کار می روند. در واقع برقی‌ها ولتاژ اضافی در مدار را تشخیص داده و با تغییر مسیر

برقی‌های بر پایه ی ZnO، سرامیک های پلی کریستال با مقاومت متغیر هستند که در جهت محافظت از قطعات الکترونیکی و همچنین تجهیزات الکتریکی به کار رفته در

آن به سمت زمین، از آسیب رسیدن به قطعه‌ی اصلی جلوگیری می‌کنند. اولین ماده‌ی سرامیکی شناخته شده که از خود خاصیت برقگیری نشان داد، SiC بود. این ماده سرامیکی متشکل از ذرات SiC با محدوده اندازه ذرات (۵۰-۱۰۰ μm) است که توسط زمینه‌ی شیشه‌ای غنی از سیلیس به یکدیگر متصل شده اند. به دلیل ضریب غیرخطی پایین ($\alpha = 5$) برقگیرهای SiC، نسل جدیدی از برقگیرها بر پایه‌ی ZnO با ضریب غیر خطی بالاتر ($\alpha = 50$) طراحی و ساخته شد. ضریب غیرخطی یک برقگیر نشان دهنده‌ی حساسیت برقگیر به تغییرات ولتاژ در یک بازه‌ی خاص می‌باشد. هرچه قدر α یک برقگیر عدد بزرگتری باشد، نشان - دهنده‌ی واکنش سریعتر آن برقگیر نسبت به تغییرات ولتاژ و در نتیجه عملکرد بهتر برقگیر می‌باشد. مقادیر رضایت بخش برای برقگیرهای معمولی حدوداً α بین ۳۰-۵۰ می‌باشد. تحقیقاتی نیز بر روی برقگیرهای پایه TiO_2 دوپ شده با اکسیدهای تانتالیم، نایبیدیوم، باریم، استرانسیم و کلسیم صورت گرفت که برای ولتاژهای نسبتاً پایین (۱-۲۰ Volt) به کار می‌روند و دارای ضریب غیر خطی در محدوده‌ی ۳-۷ می‌باشند. همچنین تحقیقات جدیدی در مورد برقگیرهای بر پایه‌ی SnO_2 چند فازی صورت گرفته است. اما برقگیرهای بر پایه‌ی ZnO با توجه با قابلیت بالای آن در جذب انرژی، ضریب غیرخطی بالا و قابلیت کار در محدوده‌ی وسیعی از ولتاژها، و همچنین قابلیت انجام دفع ولتاژ به صورت مکرر بدون اینکه خودش تخریب شود، به عنوان اصلی‌ترین گزینه، مطرح می‌باشند. برقگیرهای تجاری معمولاً به روش جامد تولید می‌شوند که حاوی ذرات ZnO دوپ شده با اکسیدهایی از قبیل: Bi_2O_3 , Sb_2O_3 , CoO , Mn_2O_3 , Cr_2O_3 می‌باشند که پس از مخلوط سازی، پرس و در نهایت زیترو می‌گردند. برقگیرها دارای ریزساختاری با زمینه‌ی دانه های ZnO جدا شده توسط مرز دانه های عایق می‌باشند. در حین پروسه ی زیتترینگ، اکسیدهای فلزی مختلف به کار رفته در ترکیب به گونه ای توزیع می گردند که در نهایت به ریز ساختاری با دانه های ZnO با اندازه ی (۱۵-۲۰ μm) محاصره شده به وسیله‌ی اکسیدهای فلزی (به طور عمده فاز پاپرو کلر

آن به سمت زمین، از آسیب رسیدن به قطعه‌ی اصلی جلوگیری می‌کنند. اولین ماده‌ی سرامیکی شناخته شده که از خود خاصیت برقگیری نشان داد، SiC بود. این ماده سرامیکی متشکل از ذرات SiC با محدوده اندازه ذرات (۵۰-۱۰۰ μm) است که توسط زمینه‌ی شیشه‌ای غنی از سیلیس به یکدیگر متصل شده اند. به دلیل ضریب غیرخطی پایین ($\alpha = 5$) برقگیرهای SiC، نسل جدیدی از برقگیرها بر پایه‌ی ZnO با ضریب غیر خطی بالاتر ($\alpha = 50$) طراحی و ساخته شد. ضریب غیرخطی یک برقگیر نشان دهنده‌ی حساسیت برقگیر به تغییرات ولتاژ در یک بازه‌ی خاص می‌باشد. هرچه قدر α یک برقگیر عدد بزرگتری باشد، نشان - دهنده‌ی واکنش سریعتر آن برقگیر نسبت به تغییرات ولتاژ و در نتیجه عملکرد بهتر برقگیر می‌باشد. مقادیر رضایت بخش برای برقگیرهای معمولی حدوداً α بین ۳۰-۵۰ می‌باشد. تحقیقاتی نیز بر روی برقگیرهای پایه TiO_2 دوپ شده با اکسیدهای تانتالیم، نایبیدیوم، باریم، استرانسیم و کلسیم صورت گرفت که برای ولتاژهای نسبتاً پایین (۱-۲۰ Volt) به کار می‌روند و دارای ضریب غیر خطی در محدوده‌ی ۳-۷ می‌باشند. همچنین تحقیقات جدیدی در مورد برقگیرهای بر پایه‌ی SnO_2 چند فازی صورت گرفته است. اما برقگیرهای بر پایه‌ی ZnO با توجه با قابلیت بالای آن در جذب انرژی، ضریب غیرخطی بالا و قابلیت کار در محدوده‌ی وسیعی از ولتاژها، و همچنین قابلیت انجام دفع ولتاژ به صورت مکرر بدون اینکه خودش تخریب شود، به عنوان اصلی‌ترین گزینه، مطرح می‌باشند. برقگیرهای تجاری معمولاً به روش جامد تولید می‌شوند که حاوی ذرات ZnO دوپ شده با اکسیدهایی از قبیل: Bi_2O_3 , Sb_2O_3 , CoO , Mn_2O_3 , Cr_2O_3 می‌باشند که پس از مخلوط سازی، پرس و در نهایت زیترو می‌گردند. برقگیرها دارای ریزساختاری با زمینه‌ی دانه های ZnO جدا شده توسط مرز دانه های عایق می‌باشند. در حین پروسه ی زیتترینگ، اکسیدهای فلزی مختلف به کار رفته در ترکیب به گونه ای توزیع می گردند که در نهایت به ریز ساختاری با دانه های ZnO با اندازه ی (۱۵-۲۰ μm) محاصره شده به وسیله‌ی اکسیدهای فلزی (به طور عمده فاز پاپرو کلر

$$V_t = 3d/D \quad (1)$$

که ولتاژ آستانه، D میانگین اندازه ی دانه های ZnO و d ضخامت برقگیر می باشد. بنابراین برای افزایش ولتاژ آستانه، کم کردن اندازه ی دانه های ZnO ضروری است [۱-۳]. جهت رسیدن به ساختار نهایی با اندازه دانه ریزتر، یکی از روش‌ها استفاده از روش میکروویو زیتترینگ است. زیتتر کردن به روش میکروویو امروزه به عنوان روشی مناسب برای پخت سرامیک‌ها مطرح بوده و مزایای زیادی برای این روش عنوان شده است. این مزایا شامل کیفیت و یکنواختی بالاتر و فرآیند سریع ساخت است. میکروویو زیتترینگ به طور بیادای با روش زیتترینگ مرسوم متفاوت است. در روش‌های سنتی پخت سرامیک‌ها، انرژی به وسیله‌ی همرفت و یا تابش به سطح قطعه منتقل شده و توسط هدایت به داخل بدنه منتقل می‌شود. این فرایند لزوماً آهسته اتفاق می‌افتد تا از تنش‌های داخلی قطعه که بر اثر گرم کردن غیر یکنواخت ممکن است به قطعه وارد شود جلوگیری گردد. در مورد سرامیک‌ها، افزایش چگالی و از بین رفتن تخلخل‌های بین دانه‌ای معمولاً با رشد دانه و در نتیجه تخریب برخی خواص همراه است. در مقابل میکروویو زیتترینگ به این علت مورد توجه قرار گرفته است که انرژی را به طور حجمی افزایش می‌دهد و می‌تواند موجب رسیدن به سرعت‌های بالای

وزنی اکسید روی و یک سری از اکسیدهای عامل از قبیل Bi_2O_3 ، Sb_2O_3 ، Co_2O_3 ، MnO_2 و Cr_2O_3 می‌باشد [۶-۷]. در این تحقیق سعی شد تا چهارچوب اصلی ترکیب برقی‌ها حفظ گردد. عمده تغییر فرمولاسیون در تحقیق حاضر، استفاده از SiC در ترکیب می‌باشد. جهت دستیابی به دقیق‌ترین نتیجه و به حداقل رساندن خطای ناشی از تاثیر ناخالصی در ترکیب، از مواد اولیه ی بسیار خالص و درجه مناسب برقی‌ها استفاده گردید. مشخصات مواد اولیه ی مورد استفاده در این تحقیق، در جدول (۱) آورده شده است. جهت بررسی تاثیر SiC در زینترپذیری و همچنین خواص برقی‌ها، ۶ فرمولاسیون مختلف با درصد‌های مختلف جایگزینی SiC با ZnO و با درصد‌های ثابت از سایر افزودنی‌ها انتخاب شد. با پیش‌بینی اینکه وجود SiC در ترکیب به عنوان یک عامل بازدارنده در مقابل زینترینگ عمل خواهد کرد، درصد Bi_2O_3 و Sb_2O_3 کمی بالاتر از میزان آن در برقی‌های متداول تجاری و با نسبت ۲ به ۱ انتخاب شد تا فاز مذاب بیشتری ایجاد گردد و در نهایت عمل زینترینگ بهتر انجام شود. به این منظور مواد اولیه مطابق جدول (۲) توزین شدند. کدگذاری نمونه‌ها بر اساس درصد SiC موجود در ترکیب انجام شد (برای مثال نمونه حاوی ۴٪ SiC به صورت S4 کدگذاری گردید).

پخت گردد که نتیجه ی آن رشد کمتر دانه‌ها و بهبود خواص است. از سوی دیگر از آنجایی که نرخ جذب میکروویو عاملی به شدت تحت تاثیر دماست و سرامیک‌ها عموماً دارای هدایت حرارتی پایینی هستند، اگر فرآیند به دقت کنترل نشود، ممکن است موجب عدم ثبات فرآیند در سطح و یا حجم شود که باعث عوارضی همچون تخلیه حرارتی، ذوب موضعی یا ترک خوردگی شود [۴]. با توجه به نرخ سریع سرد کردن در کوره میکروویو و جلوگیری از رشد دانه ی افراطی در زمان زینترینگ می‌توان به ریزساختار نهایی ریزتری برای برقی‌ها دست یافت. واژه ی نانوکامپوزیت که در این تحقیق به کار رفته است، مطابق تعریف صورت گرفته، به کامپوزیت‌هایی گفته می‌شود که حداقل یکی از حوزه‌های فازی آن، در ابعاد نانومتری باشد [۵]. با توجه به استفاده از ZnO و SiC به صورت جداگانه به عنوان دو نسل مهم از برقی‌ها و خلاء موجود در مقالات نسبت به بررسی خواص ترکیبی ZnO و SiC، در تحقیق حاضر به بررسی این خواص پرداخته شده است. افزودن SiC به ترکیب برقی‌های بر پایه ی ZnO از جنبه های مختلف دارای اهمیت می‌باشد. با توجه به اینکه SiC دارای پیوندهای قوی کوالانت می‌باشد قابلیت جلوگیری از رشد دانه ی ZnO و در نهایت بر ریزساختار را خواهد داشت. همچنین خواص الکتریکی فازهای ناشی از ترکیب ZnO و SiC بر خواص نهایی برقی‌ها تاثیرگذار خواهد بود. هدف اصلی این مقاله بررسی این عوامل می‌باشد.

۲- مواد و روش تحقیق

بر اساس نتایج گزارش شده در مقالات و تحقیقات سایر محققان، فرمول کلی برقی‌های اکسید روی شامل حداقل ۹۰٪

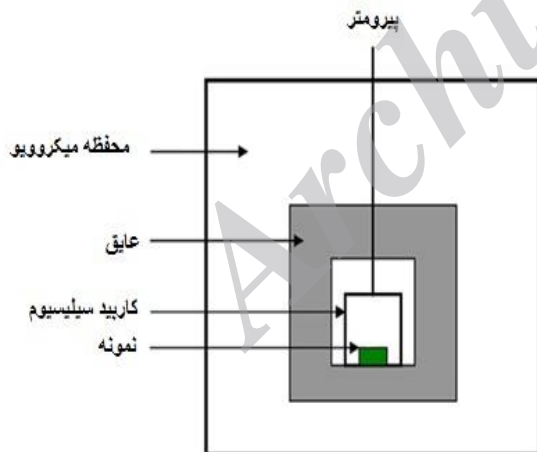
جدول (۱): مشخصات مواد اولیه ی مورد استفاده در این تحقیق

نوع ماده	خلوص %	اندازه دانه (nm)	شکل دانه	شرکت سازنده	دانسیته (gr/cm ³)
ZnO	۹۹.۵	۲۰	شبه کروی	Nano Amor	۵.۶
SiC-β	۹۷.۵	۴۵-۵۵	شبه کروی	Nano Amor	۳.۲۲
Bi ₂ O ₃	۹۹.۸	۹۰-۲۱۰	شبه کروی	Nano Amor	۸.۹
Sb ₂ O ₃	۹۹.۹	۹۰-۲۱۰	-	Nano Amor	۵.۲
CoO	۹۹.۵	۵۰	شبه کروی	Nano Amor	۶.۴۵

جدول (۲): ترکیبات مختلف بر حسب درصد وزنی مواد اولیه

Composition	Wt %					
	ZnO	SiC	Bi ₂ O ₃	Sb ₂ O ₃	CoO	PVA
S0	۹۵	۰	۳	۱.۵	۰.۵	۰.۷۵
S2	۹۳	۲	۳	۱.۵	۰.۵	۰.۷۵
S4	۹۱	۴	۳	۱.۵	۰.۵	۰.۷۵
S6	۸۹	۶	۳	۱.۵	۰.۵	۰.۷۵
S8	۸۷	۸	۳	۱.۵	۰.۵	۰.۷۵
S10	۸۵	۱۰	۳	۱.۵	۰.۵	۰.۷۵

خام اندازه گیری شد. دانسیته‌ی تئوری هر یک از ترکیب‌ها با استفاده از قانون ترکیب‌ها محاسبه شد. با تقسیم دانسیته‌ی خام بر دانسیته‌ی تئوری هر یک از قرص‌ها، دانسیته‌ی نسبی محاسبه گردید. جهت زینترینگ نمونه‌ها از یک کوره‌ی میکروویو دست ساز با توان (W) ۹۰۰ و فرکانس (GHz) ۲.۴۵ و با قابلیت حرارت‌دهی تا دمای (°C) ۱۶۰۰ استفاده شد. از ویژگی‌های استفاده از کوره‌ی میکروویو امکان افزایش نرخ حرارت‌دهی نمونه‌ها می‌باشد. نمای شماتیک کوره‌ی میکروویو در شکل (۱) آورده شده است.



شکل (۱): نمای شماتیک کوره میکروویو

بر اساس تحقیقات پیشین [۱۰-۱۴] و بعد از چند پخت آزمایشی [۱]، منحنی مناسب زینترینگ قرص‌ها با نرخ حرارت‌دهی با سرعت (°C/min) ۲۰، دمای بیشینه (°C) ۱۱۰۰ و ۳۰ دقیقه زمان

پس از انتخاب مواد اولیه و فرمولاسیون، آماده‌سازی و ساخت نمونه‌های برقگیر صورت گرفت. بدین منظور مراحل زیر سپری شد. پس از توزین مواد، جهت مخلوط‌سازی و دستیابی به ترکیبی همگن، از آسیاب سریع استفاده شد. به این منظور مخلوط‌سازی مواد با استفاده از آسیاب ساخت شرکت LG مدل SV015IG5-1 با سرعت ۲۲۰ دور در دقیقه به مدت ۱۵ دقیقه در آب مقطر صورت گرفت. به علت ریزدانه‌گی مواد اولیه می‌بایست ترتیبی اتخاذ می‌شد که مواد اولیه به صورت هموژن در سوسپانسیون پراکنده می‌شد. مشکل ایجاد شده در این حالت تعلیق دانه‌های نانومتری اولیه بر روی آب بود. بنابراین ابتدا بایندر PVA به آب مقطر افزوده شد و مدتی زمان داده شد تا بایندر به خوبی با آب واکنش کند. سپس سایر مواد اضافه شدند. جهت خشک کردن، نمونه‌ها در خشک‌کن در دمای (°C) ۸۰ قرار گرفت و برای ایجاد بچ همگن، هم زدن متناوب دستی در حین خشک‌کاهش در خشک‌کن صورت گرفت. پس از خشک شدن کامل، توده‌ی به دست آمده به مدت ۱۰ دقیقه به صورت خشک در فست میل قرار گرفت تا آگلومره‌های مناسب برای پرس ایجاد گردد. شکل دهی نمونه‌ها توسط پرس هیدرولیک تک محوره صورت گرفت. بر اساس تحقیقات پیشین سایر محققان، فشار اعمالی برای شکل دهی نمونه‌ها برقیگیر حدود ۵۰ تا ۲۰۰ مگا پاسکال بوده است [۷-۹] که در این تحقیق با انجام چند آزمون و خطا، فشار ۱۰۰ مگا پاسکال انتخاب شد. با استفاده از یک قالب فولادی طراحی شده به این منظور، قرص‌های به وزن تقریبی ۳ گرم و ضخامت تقریبی ۳.۵ و قطر ۲۰ میلی متر تهیه شد. با توزین و اندازه‌گیری ابعاد هندسی قرص‌ها، دانسیته‌ی

شرکت KONTAKT CHEMIE کشور بلژیک پوشش داده شد. جهت جلوگیری از آغشته شدن کناره‌های قرص به کربن هادی، با استفاده از شابلون ماسک شده و کربن هادی بر روی سطح قطعه اسپری گردید. به این صورت درصد بیشتری از جریان از درون قطعه عبور می‌کند. استفاده از شابلون همچنین به یکسان‌سازی سطح مفید عبور جریان کمک کرده و باعث افزایش دقت در اندازه‌گیری α و I_L می‌گردد. برای محاسبه ی ضریب غیرخطی برقیگیر α از رابطه ی زیر استفاده شد.

$$\alpha = 1/\log(V_{10Ma} - V_{1Ma}) \quad (۴)$$

همچنین طبق قرارداد جریان عبوری در $0.75V_T$ به عنوان جریان نشتی برقیگیر در نظر گرفته می‌شود [۲ و ۱۵].

۳- نتایج و بحث

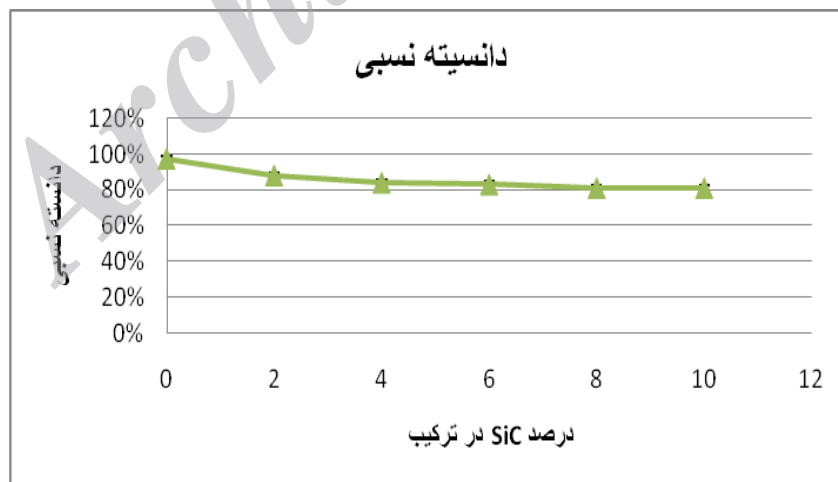
دانشیته ی نمونه ها در شکل (۲) آورده شده است. همانطور که مشخص است، بالاترین دانشیته ی نسبی بدست آمده به میزان ۹۷٪ مربوط به نمونه ی SO می باشد.

نگه‌داری در دمای بیشینه انتخاب شد. جهت بررسی میزان اثر بخشی زیترینگ بر فشرده‌سازی نمونه‌ها، دانشیته ی بعد از پخت نمونه‌ها به روش ارشمیدسی مطابق رابطه ی زیر اندازه‌گیری شد.

$$\rho = W_d / W_w - W_s \quad (۲)$$

$$\%RD = (\rho / \rho_{th}) \times 100 \quad (۳)$$

که در این رابطه W_d وزن خشک، W_w وزن تر، W_s وزن غوطه وری، ρ_{th} دانشیته ی تئوری، و $\%RD$ دانشیته ی نسبی می باشد. جهت بررسی ریزساختاری نمونه‌ها، از میکروسکوپ الکترونی TESCAN مدل VEGII XMU استفاده شد. همچنین برای بررسی توزیع عناصر در ترکیب از تصاویر Map Scan استفاده شد. بررسی فازی نمونه‌ها با استفاده از پراش اشعه ی X گرفته شده توسط دستگاه XRD مدل STADI-MP ساخت شرکت STOE کشور آلمان صورت گرفت. در نهایت جهت اندازه‌گیری خواص الکتریکی نمونه های برقیگیر، از دستگاه اندازه‌گیری خواص برقیگیری (I-V) استفاده شد. به منظور هدایت جریان الکتریکی از درون قرص و جلوگیری از نشت جریان از حاشیه ی آن، سطح نمونه‌ها توسط اسپری گرافیت ساخت



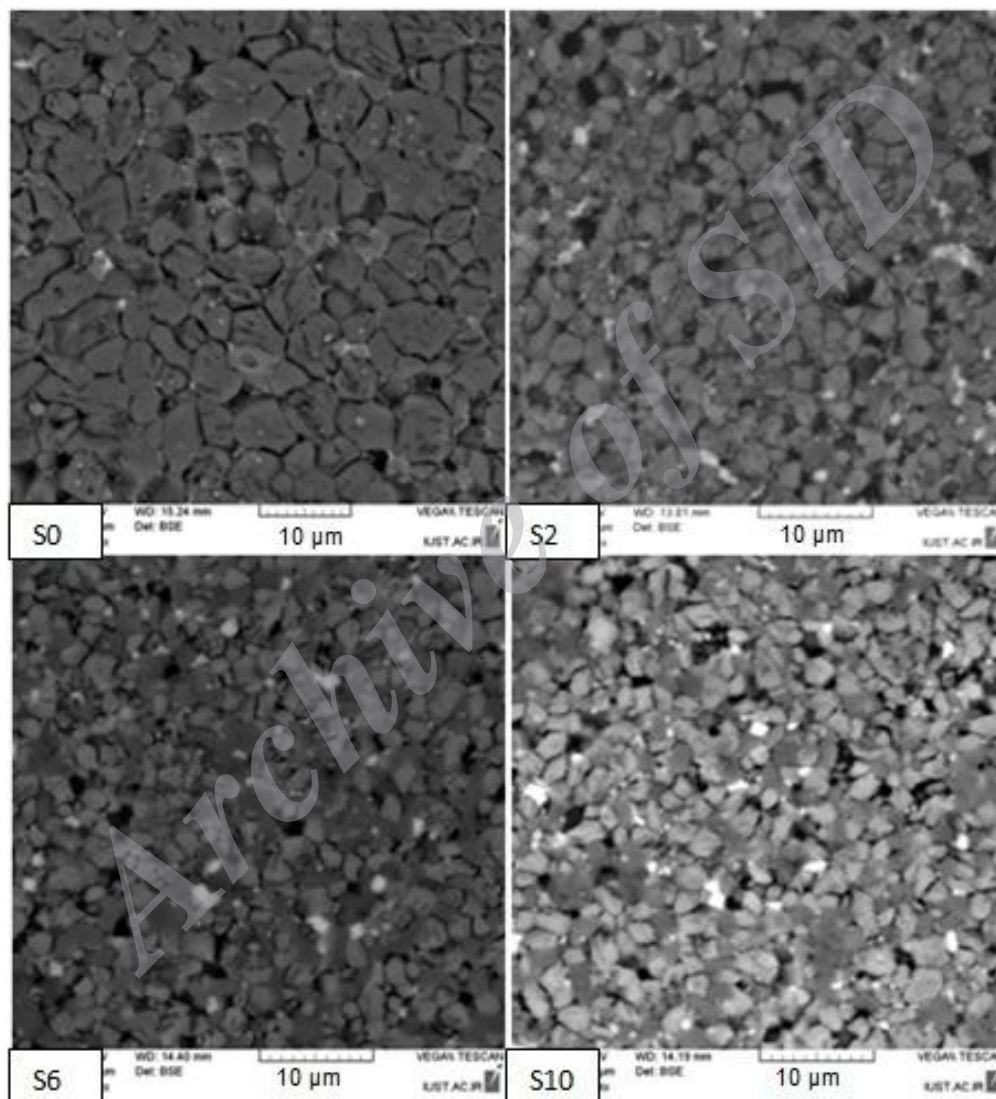
شکل (۲): تغییرات دانشیته بر حسب درصد SiC در فرمول

SiC وجود دارد: الف) با افزودن SiC به ترکیب، به دلیل پیوند-های کوالانت SiC و سختی بالای آن، از رشد دانه و در نتیجه

در اکثر نمونه‌ها با افزایش درصد SiC در ترکیب، دانشیته کاهش یافته است. دو دلیل اصلی برای کاهش دانشیته با افزایش درصد

در نمونه ها خواهد شد که با توجه به دانسیته ی نمونه ها تاثیر این عامل در افزایش زیتترینگ محسوس نبوده است. ریز ساختار نمونه ها با درصدهای مختلف SiC در شکل (۳) نشان داده شده است.

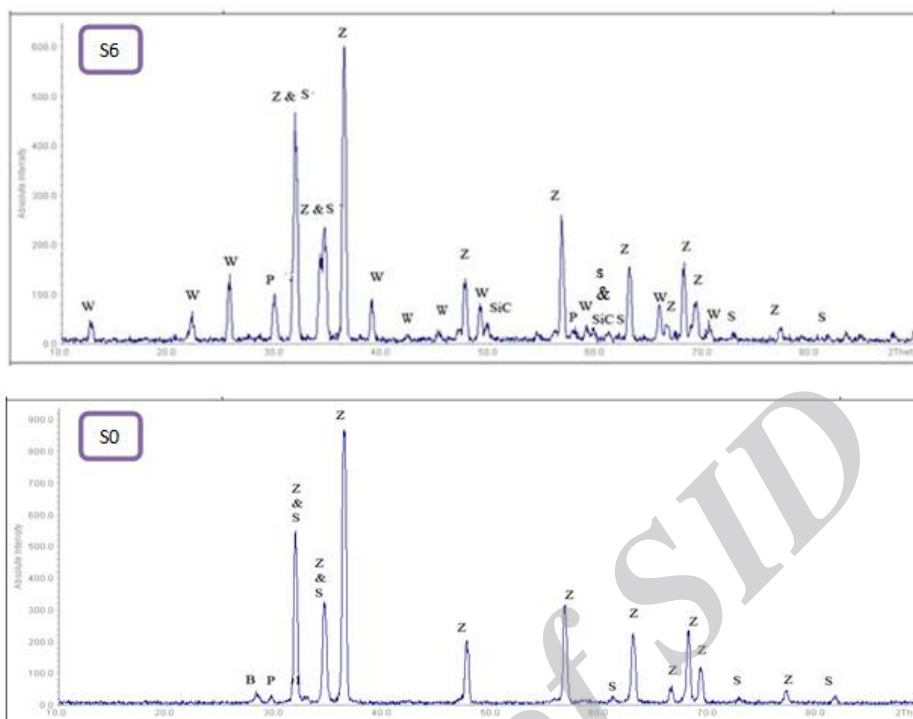
پیشرفت زیتترینگ جلوگیری به عمل می آید. (ب) در اثر اکسیداسیون SiC در دمای زیتترینگ و در مجاورت مواد اکسیدی، کربن به صورت گاز از نمونه خارج شده که این مسئله باعث افزایش تخلخل در نمونه ها و کاهش دانسیته می گردد. البته وجود SiC در ترکیب به عنوان یک ماده ی جاذب امواج میکروویو احتمالا باعث یکنواختی و افزایش نرخ حرارت دهی



شکل (۳): تصویر SEM از ریز ساختار نمونه های S0, S2, S6, S10 بدست آمده از الکترون های برگشتی

یافته است. جهت بررسی نوع فازها از پراش اشعه X استفاده شد. شکل (۴) نشان دهنده ی آنالیز XRD گرفته شده از نمونه های S0 و S6 می باشد.

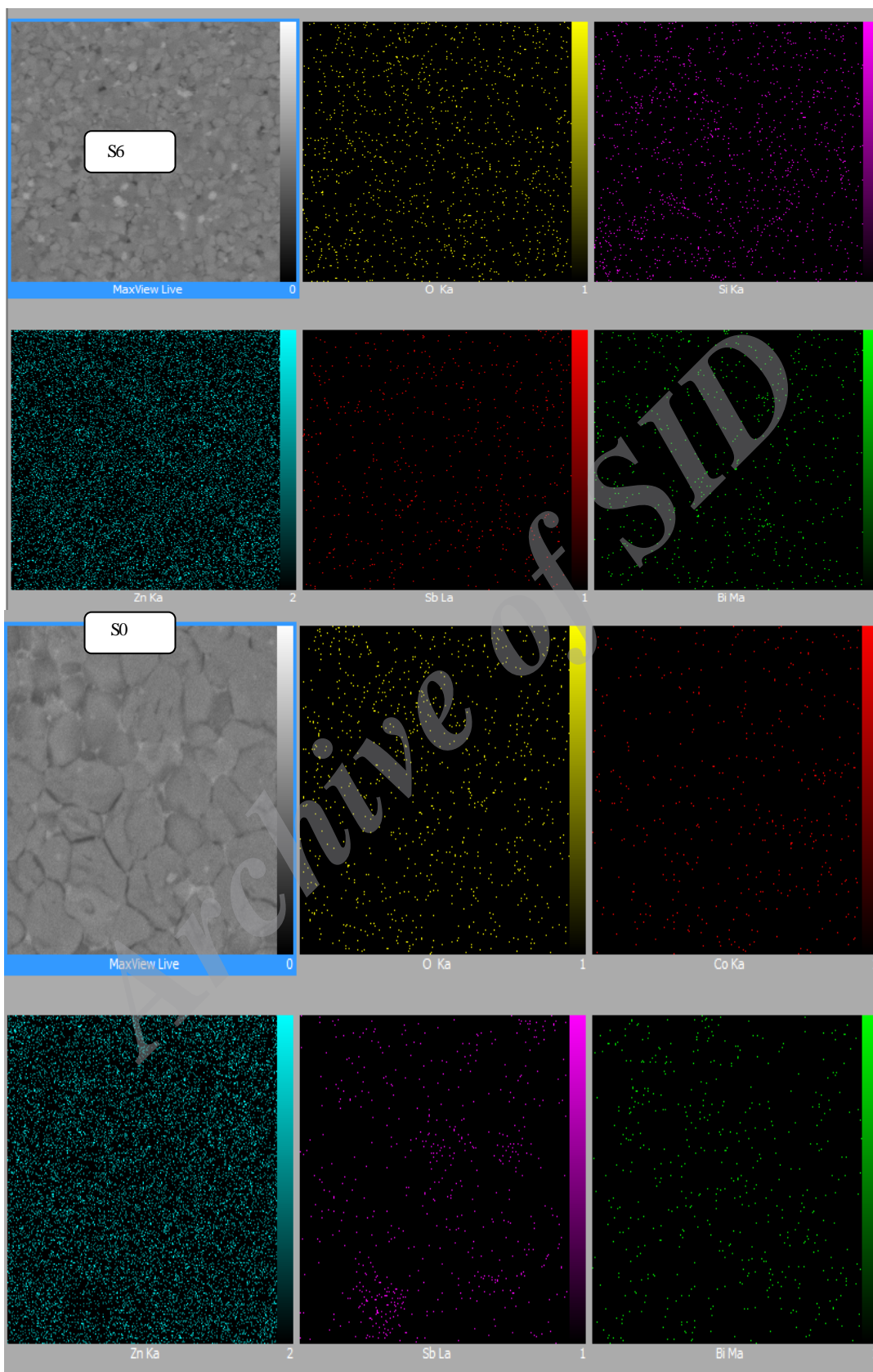
همانطور که از شکل (۳) مشخص است با افزایش درصد SiC در ترکیب از ۰٪ به ۱۰٪، میانگین اندازه دانه های ZnO از ۵ (μm) به ۲ (μm) کاهش و درصد تخلخل از ۳٪ به حدود ۱۵٪ افزایش



شکل (۴): آنالیز XRD مربوط نمونه های S0, S6 (W:Willemite , P:Pyrochlore ,Z:ZnO ,S:Spinel ,B:Bi2O3)

گرفته شد که در شکل (۵) نشان داده شده است. همانطور که مشخص است، در نمونه S0 توزیع اتم‌های آنتیموان در مناطقی که در تصویر با رنگ خاکستری روشن مشخص شده است، بسیار متراکم تر می‌باشد. با توجه به اینکه در مناطق ذکر شده، تراکم اتم‌های بیسموت کم است، می‌توان نتیجه گرفت که مناطق با رنگ خاکستری روشن مربوط به دانه‌های اسپینل بوده و به دلیل فقر بیسموت در این مناطق، احتمالاً فاز پایروکلر به میزان زیادی به فاز اسپینل تبدیل شده است. همچنین در تصویر نمونه S6 با قرار دادن نقاط مربوط به تجمع اتم‌های Si بر روی تصویر ریزساختار، مشخص می‌شود که دانه‌های خاکستری تیره موجود در ریزساختار مربوط به SiC و یا ویلمیت بوده که با توجه به سبک‌تر بودن، به رنگ تیره مشخص شده‌اند.

در آنالیز XRD از نمونه S0، فازهای اکسید روی، پایروکلر ($Zn_7Sb_2O_{12}$) و اسپینل ($Zn_2Sb_3Bi_3O_{14}$) شناسایی شد. با بررسی آنالیز XRD نمونه های S0 و S6 مشخص می‌گردد که در اثر افزودن SiC به ترکیب، پس از زینترینگ در دمای ($^{\circ}C$) ۱۱۰۰ فاز جدیدی به نام ویلمیت (Zn_2SiO_4) تشکیل شده است. در اثر تماس SiC با دانه‌های اکسیدی و زینترینگ در اتمسفر هوا، سطح دانه‌های SiC اکسید گشته و احتمالاً در اثر ترکیب دانه‌های ZnO با SiO_2 موجود در سطح دانه‌های SiC، ویلمیت ایجاد شده است. ضمناً با وجود تبدیل SiC به ویلمیت، کماکان پیک SiC وجود دارد. این احتمال وجود دارد که با وجود اینکه سطح SiC در اثر اکسیداسیون به ویلمیت تبدیل گشته ولی مرکز آن هنوز هسته ی SiC باقی مانده است. به منظور بررسی توزیع عناصر از نمونه ها تصویر Map Scan



شکل (۵): تصویر Map Scan از نمونه های S6 و S0

خواص الکتریکی نمونه های توسط دستگاه اندازه گیری خواص برقی (I-V) اندازه گیری شد (جدول ۳).

جدول (۳): نتایج بدست آمده از آزمایش I-V نمونه های برقی

نمونه	V_T (V/cm)	A	I_L (mA)
S0	۴۶۶۵	۳۳	۰.۱۵
S2	۵۴۵۱	۴۲	۰.۰۵
S4	۱۰۳۰۰	۶۲	۰.۰۴
S6	۸۰۰۰	۶۵	۰.۰۵
S8	۵۱۵۰	۳۰	۰.۰۳
S10	۴۷۰۰	۲۴	۰.۰۳

ZnO کوچک تر می باشد [۱۷-۱۸]. بنابراین با توجه به دلایل ذکر شده با افزودن SiC در ترکیب α افزایش یافته و سپس به دلیل افزایش درصد تخلخل کاهش یافته است. جریان نشی (I_L) نیز متأثر از تغییرات درصد SiC در ترکیب تغییر می کند. جریان نشی در واقع به جریانی گفته می شود که قبل از رسیدن به ولتاژ آستانه از طریق مرز دانه عبور می کند. با افزودن SiC به ترکیب و ایجاد فاز عایق ویلمیت در مرز دانه ها، درصد جریان عبوری از مرز دانه پیش از رسیدن به ولتاژ آستانه کاهش می یابد.

۴- نتیجه گیری

در این پژوهش نمونه های برقی نانو کامپوزیتی بر پایه ZnO تولید و تاثیر افزودن درصد های مختلف SiC بر ریزساختار و خواص الکتریکی آن بررسی شد. مشاهده شد که با افزودن SiC به ترکیب، ریزساختار نمونه ها ریزدانه تر گشته و همچنین درصد تخلخل افزایش می یابد. همچنین در اثر واکنش SiO_2 سطح ذرات SiC با دانه های ZnO فاز جدید به نام ویلمیت تشکیل می گردد که تاثیر فراوانی در خواص الکتریکی نمونه های برقی دارد. بنابراین افزودن SiC به ترکیب با ایجاد ریزساختار ریزتر، ایجاد فاز ویلمیت و همچنین افزایش در صد تخلخل در ترکیب باعث تاثیر بر خواص الکتریکی برقی می گردد که برآیند تاثیر این عوامل در ابتدا باعث بهبود خواص برقی و در ادامه باعث تخریب خواص آن می گردد. بر اساس نتایج آزمایش خواص

بر اساس نتایج آزمایش I-V همانطور که در جدول (۳) آورده شده است با افزایش درصد SiC ولتاژ آستانه ابتدا افزایش و سپس کاهش می یابد. همانطور که گفته شد با افزودن SiC به ترکیب، فاز جدیدی به نام ویلمیت تشکیل می گردد. با توجه به اینکه ویلمیت یک فاز کاملاً عایق با باند ممنوعه ی ۵.۵ (eV) است [۱۶]، تشکیل این فاز باعث بالا رفتن ولتاژ آستانه خواهد شد. دلیل دیگری که برای بالا رفتن ولتاژ آستانه با افزودن SiC به ترکیب وجود دارد این است که دانه های SiC از رشد دانه های ZnO جلوگیری کرده و باعث ایجاد ریز ساختار ریزدانه تری می گردند. در نتیجه با ریز شدن ساختار تعداد سدهای شاتکی ایجاد شده که باعث ایجاد خاصیت برقی هستند افزایش [۹] و در نتیجه طبق رابطه ی (۱)، ولتاژ آستانه افزایش خواهد یافت. از طرف دیگر با افزایش درصد SiC در ترکیب، درصد تخلخل ها افزایش یافته که این عامل باعث کاهش ولتاژ آستانه می گردد. لذا ولتاژ آستانه با افزودن SiC متأثر از سه فاکتور مختلف خواهد بود که در ابتدا باعث افزایش آن و در ادامه با افزایش تخلخل باعث کاهش آن می گردد. همچنین افزودن SiC به ترکیب نمونه های برقی باعث تغییر ضریب غیر خطی α می گردد. به این صورت که با تشکیل یک فاز عایق به نام ویلمیت بین فازهای نیمه هادی ZnO و SiC باعث ایجاد ریز ساختار مناسب برای خواص برقی و افزایش ضریب غیر خطی α می گردد. از طرف دیگر باند گپ SiC در مقایسه با

Journal of the European Ceramic Society, Vol. 24, pp. 1209–1212, 2004.

- [9] S. Bernik, S. Macek & B. Ai, "Microstructural and electrical characteristics of Y2O3-doped ZnO–Bi2O3-based varistor ceramics", Journal of the European Ceramic Society, Vol. 21, pp. 1875–1878, 2001.

[۱۰] ا. قانیگی، "بررسی خواص و ویژگیهای نانو وریستورهای کامپوزیت ZnO-SiC زینتر شده توسط میکروویو"، پایان نامه ی کارشناسی ارشد در رشته مهندسی مواد-سرامیک، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات، ۱۳۸۹.

- [11] N. Lin, W. C. Lee, K. S. Liu, H. F. Cheng & M. W. Wu, "On the microwave sintering technology for improving the properties of semiconducting electronic ceramics", Journal of the European Ceramic Society, Vol. 21, pp. 2085–2088, 2001.

- [12] G. P. Binner & B. Validhyanthan, "Microwave Sintering of Ceramics", Vol. 264, pp.725-730, 2004.

- [13] H. Zhijian, G. Masahide & H. Yukio, "Improving sinterability of ceramics using hybrid microwave heating", journal of materials processing technology, Vol. 209, pp. 2446–2452, 2009.

- [14] C. Leacha, N. K. Ali, D. Cupertinob & R. Freer, "Microwave-assisted sintering of ZnO varistors: Local microstructure and functional property variations", Materials Science and Engineering, Vol. B170, pp. 15–21, 2010.

- [15] X. Dong, C. Xiao-nong & Y. Xue-hua, "Sintering process as relevant parameter for Bi2O3 vaporization from ZnO-Bi2O3-based varistor ceramics", Trans. Nonferrous metal. Soc.China, Vol. 19, pp. 1526-1532, 2009.

- [16] H. Chang, H. D. Park, K. S. Sohn & J. D. Lee, "Electronic Structure of Zn2SiO4 and Zn2SiO4: Mn", Journal of the Korean Physical Society, Vol. 34, No. 6, pp. 545-548, 1999.

- [17] Bakin & S. Andrey, "SiC materials and devices", World Scientific, ISBN 981-256-835-2, pp. 43–76, 2006.

- [18] T. Ayalew, "SiC Semiconductor Devices Technolgy, Modeling, and Simulation", Ph.D. Thesis Technical University of Vienna, 2010.

الکتریکی برقگیر، نمونه های حاوی ۴ و ۶ درصد SiC به عنوان نمونه های بهینه انتخاب شدند.

۵- تشکر و قدردانی

نویسندگان این مقاله از همکاری واحد آزمایشگاه فشار قوی پژوهشگاه نیرو برای همکاری در انجام آزمایش های الکتریکی برقگیر قدردانی می نمایند.

۶- مراجع

- [۱] م. آزادمند، "تاثیر فرایند ساخت و ریزساختار بر خواص الکتریکی برقگیرهای نانو کامپوزیت ZnO/SiC زینتر شده در کوره میکروویو"، پایان نامه ی کارشناسی ارشد در رشته مهندسی مواد-سرامیک، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات، ۱۳۹۲.
- [2] M. Houabes & R. Metz, "Rare earth oxides effects on both the threshold voltage and energy absorption capability of ZnO varistors", Ceramics International, Vol. 33, pp. 1191–1197, 2007.
- [3] M. A. L. Margionte, A. Z. Simoes, C. S. Riccardi, A. Ries, F. M. Filho, L. Perazolli & J. A. Varela, "Nonlinear characteristics of Cr2O3, WO3, ZnO and CoO doped SnO2 varistors", Materials Letters, Vol. 60, pp. 142 – 146, 2006.
- [4] P. D. Ramesh, D. Brandon, L. Schachter, "Use of partially oxidized SiC particle bed for microwave sintering of low loss ceramics", Materials Science and Engineering, Vol. A266, pp. 211–220, 1999.
- [5] SCENIHR Group, Scientific basis for the definition of the term "nanomaterial", European Commission, ISSN 1831- ISBN 978-92-79, 2010.
- [۶] م. هوشیار فرد و ح. نوایی الوار و ع. نعمتی و م. فقیهی ثانی، "بهبود خواص الکتریکی برقگیرهای اکسید روی در اثر استفاده از پودرهای نانومتری"، فصلنامه ایران، شماره ۳، ص ۲۲–۳۰، پاییز، ۱۳۸۴.
- [7] M. Peiteado, J. Fernandez & A. Caballero, "Varistors based in the ZnO–Bi2O3 system: Microstructure control and properties", Journal of the European Ceramic Society, Vol. 27, pp. 3867–3872, 2007.
- [8] M. A. de la Rubia, M. Peiteado, J. F. Fernandez & A. C. Caballero, "Compact shape as a relevant parameter for sintering ZnO–Bi2O3 based varistors",