440

مطالعات ریز ساختاری آلومینای ریز د انه محتوی کربن و اکسید منیزیم

مهدى كلانتر

استادیار دانشکده مهندسی مواد - دانشگاه یزد

جک کرامپون

مرکز تحقیقات ساختار و خواص حالت جامد – دانشگاه علوم و تکنولوژی لیل فرانسه (تاریخ دریافت ۸۱/۸/۲۹، تاریخ تصویب ۸۲/۳/۱۳)

چکیدہ

حهت تهیه الومینای ریز دانه و عاری از هر گونه رشد دانه غیرنرمال لازم است شرایط خاصی در رابطه با مواد اولیه (پودر میکرونی با خلوص بالا) و شرایط پخت (دما، زمان ، فشار مکانیکی و اتمسفر کوره) اعمال شود. بالاترین تراکم پذیری تا حد دانسیته تئوری در شرایط زینترینگ تحت بار با فشار مکانیکی KPa تحت اتمسفر محیط خلا، شرایط دمایی و زمانی ۱۴۵۰ درجه سانتی گراد بمدت ۳۰ دقیقه و در حضور ۵۰۰ PPm اکسید منیزیم حاصل میشود. مشاهدات ریز ساختاری وجود ذرات رسوبی ریز که بطور یکنواخت در زمینه پراکنده شده اند را نشان داده که بعنوان موانع رشد دانه عمل مینمایند. از طرفی در شرایط خلا حذف تخلخلها که کنترل کننده سرعت رشد دانه هستند در مراحل اولیه و میانی زینترینگ صورت می پذیرد. اکثریت ذرات رسوبی کربنی بوده که بواسطه نفوذ کربن از سیستم پرس گرم اعم از قالب و سنبه های گرافیتی شکل گرفته اند.

واژه های کلیدی : زینترینگ، آلومینا، اکسید منیزیم، ریزساختار

مقدمه

تردی همراه با سختی بالای سرامیکها دامنه کاربردی انها را محدود نموده و جهت توسعه ان لازم است چقرمگی یا تافنس⁶ و قابلیت شکل دھی مکانیکی یا خواص سویر یلا ستیسیته ٔ انها را افزایش داد. برای بهبود خواص مکانیکے، یارامترهای زیادی را باید در نظر گرفت، در درجـه اول یارامترهای مربوط به یودر مصرفی (خلوص، ترکیب شیمیایی، اندازه و توزیع اندازه ذرات،...) بوده بطوریکه امروزه با بکار گرفتن پودرهای ریز میکرونی و با خلوص بالا سرامیکهای نانو با خواص مهندسی بالا توسعه یافته اند. با استفاده از مواد افزودنی مناسب میتوان نرخ تراکم یذیری و سرعت رشد دانه مورد نظر را حاصل نمود.مثلا در مورد آلومینا با افزودن اکسید منیزیم در حد چند صد PPm میتوان نرخ تراکم پذیری را افزایش و سرعت رشد دانه را محدود نمود. چرا که یونهای منیزیم با نفوذ به مرزهای دانه بعنوان موانع قوی در برابر حرکت مرز دانه ها عمل مینماید. با وارد شدن منیزیم در داخل شبکه آلومينا واكنش زير را داريم:

 $\Upsilon Mg^{\Upsilon +} + Al_{\Upsilon}O_{\Upsilon} = \Upsilon [Mg*_{Al}] + [V_{O_{\cdot \cdot}}] + Al_{\cdot \cdot \cdot}^{i} (\Delta)$

بدین ترتیب اکسید منیزیم با ایجاد جاهای خالی باعث افـزایش D_L و D_L (به ترتیب ضرایب دیفوزیونی شبکه ای و مرزدانه ای) شده و افزایش سرعت دیفوزیون در الومیـنا را بدنـبال دارد کـه باعث افزایش تراکم پذیری شـده و همیـنطور بـه علـت محفـوظ مـاندن ارتـباط بین مـرز دانـه و تخلخـل از رشـد دانـه غـیر نـرمال جلوگیری میـنماید [۴]. از طرف دیگر گفته شده که رشد غیر نرمال دانـه هـای آلومیـنا معمـولا مـربوط بـه حضـور کاتیونهای ناخالصـی چـون si و ca و تشکیل فاز شیشه ای میباشد، در ایـنجا نـیز یونهـای منـیزیم دخالـت نموده و با تشکیل یـک محلـول جـامد تحـرک مـرز دانـه هـا را مـیکاهد. در در ایـنجا نـیز یونهـای مالا جهت خنثی ماندن شبکه، یونهـای ³⁺if وارد شـبکه شـده و از مـیزان فـازآمورف

پارامتر مهم دیگر بر روی ریز ساختار و نرخ تراکم پذیری آلومینا و یا هر سرامیک مهندسی حضور تنشهای فشاری و کششی در ضمن زینترینگ تحت بار می باشد که در زیر به آن می پردازیم: نشریه دانشکده فنی، جلد ۳۷، شماره ۳، آذر ماه ۱۳۸۲

خالی و سطوح محدب در گردنه بین دو ذره به عنوان منبع جذب جاهای خالی در نظر گرفته شده اند. بدین ترتیب جریانی از جاهای خالی از مرز دانه ها به سطوح محدب در گردنه و جریان ماده در جهت مخالف تراکم پذیری نمونه پودری فشرده شده را سبب میشود.

$$\Delta C/C_{o} = -[P_{eff} \Omega / (KT)]$$

(٣)

ن تغییرات غلظت جاهای خالیT: دما به کلوین $\Delta C/C_o$: حجم اتمی K: ثابت بولتزمن Ω

وجود یک تنش فشاری بر روی مرز دانه باعث شده جریان نفوذ جاهای خالی از مرز دانه ها به سطوح محدب گردنه که تحت کشش می باشند شتاب پیدا کند. لازم به ذکر است که در این مدل سطح مرز دانه ها مسطح فرض شده است. در حالتی دیگر می توان یک جریان نفوذی از جاهای خالی و جریان ماده در جهت خلاف آن بین سطوح محدب در گردنه و منطقه تماس بین دو ذره (سطوح مقعر)در نظر گرفت که شدت این جریان بستگی به اختلاف فشار بخار بین دو نقطه بواسطه اختلاف انحنا و نتیجتا اختلاف انرژی سطح دارد:

 $\Delta C/Co=2\gamma \Omega/(RKT)$

(۴)

R:شعاع انحنا یک تخلخل کروی

حضور تنش فشاری بر روی سطوح مقعر و ننشهای کششی بر روی سطوح محدب گرادیان غلظت جاهای خالی بین دو نقطه را افزایش داده و نتیجتا سرعت تراکم پذیری نسبت به حالت زینترینگ بدون بار بطور قابل توجهی بالاتر خواهد بود و با دمای کمتری میتوان به دانسیته معینی رسید.

پارامتر دیگر مربوط به تکنیکهای پخت و قابلیت کنترل عواملی چون دما، تنش، اتمسفر میباشد. در این مطالعه با استفاده از دستگاه پخت تحت بار، تراکم پذیری پودر آلومینا محتوی مقدار کمی اکسید منیزیم مورد برسی قرار گرفته و در ادامه مطالعات ریز ساختاری نمونه های پخت شده قبل و بعد از عملیات اچینگ حرارتی^۷ انجام گرفته است. نرخ تراکم پذیری یک پودر در ضمن یک سیکل ایزوترم و در حضور بار مکانیکی (زینترینگ تحت بار) تقریبا از رابطه زیر پیروی مینماید[۱]: $D(t) = D_0 + K lnt$

(1)

که در ان t زمان لحظه ای زینترینگ، (D(t): دانسیته نسبی، Do و K ثوابت تراکم پذیری ماده بوده و مقدار انها به شرایط زینترینگ (دما، زمان، تنش و ...) ، ترکیب شیمیایی پودر مورد استفاده و مکانیزم حاکم بر فرایند زینترینگ بستگی دارد. به همین دلیل است که مقادیر این دو پارامتر در مراحل مختلف زینترینگ متفاوت است. با اعمال فشار ایزوستاتیکی کیا تنش محوری آبر روی مجموعه پودر مورد زینترینگ مکانیزمهای تراکم پذیری سرعت و شتاب بیشتری بخود میگیرند. بطور کلی سه نوع تـنش در ضمن فرایند زینترینگ دخالت دارند و بر سرعت تراکم پذیری تاثیر پذیرند ۱-کشش سطحی (γ) که در رابطه با سطوح انحنادار تخلخلها مطرح است و به علت تفاوت انحنا از یک حفرہ به حفرہ دیگر یک نیروی محرکه برای عمل زینترینگ محسوب میشود. ۲- فشار داخلی گازهای حبس شده در تخلخلها که مانعی بر تراکم پذیری بیشتر میباشد. ۳- تنش اعمال شده بر مرز دانه ها (peff) کـه به علت حضور تخلخلها در مرز دانه ها این تنش بالاتر از تنش اعمالی (pa) میباشد بطوریکه در مراحل اولیه زینترینگ نسبت p_{eff}/p_a تابع نسبت سطح نهایی (A_f به سطح تماس برای هر دانه (Aj) میباشد [۲]:

 $p_{eff} = p_a \left(A_f / A_j \right)$

(۲)

معمولا مکانیزم های حاکم بر زینترینگ در حضور بار مکانیکی ترکیبی از دو مکانیزم میباشد[۳]: ۱-جابجایی ذرات بواسطه لغزش مرز دانه ای ۲- تغییر در شکل دانه ها بواسطه جریان پلاستیکی یا فرایند نفوذ. مکانیزم اولی فرایند سریعی بوده در حالیکه دومی در فاصله زمانی طولانی تری انجام میگیرد مدلهای متفاوتی بر مبنای جریان پلاستیکی یا فرایند نفوذ ارائه شده که از جمله می توان به مدلهای نابارو^۳ و هرینگ[†] اشاره نمود که در ان مرز دانه ها به عنوان یک منبع دهنده جاهای 441

جدول ۱: ترکیب شیمیایی پودر SM8 .

Fe (ppm)	P (ppm)	%N	% C	عنصر
۱۷۵	٨٠٠	• / Y ۵	1/31	مقدار



شکل ۱: توزیع دانه بندی برای پودر معرفی شده در جدول ۱ .

فرایند شکل دهی و یخت

تمام عملیات زینترینگ تحت بار با استفاده از ا یک دستگاه متشکل از کوره سنتور^{۱۰} با مقاومت گرافیتی و دمای ماکزیمم C° ۲۲۰۰ و سیستم الکترومکانیک اعمال نيرو از نوع اينسترون " با بار ماكزيمم ٢٠ تن انجام گرفته است (شکل۲a). در این سیستم یودر مورد نظر در یک سیستم بسته متشکل از دو پیستون و قالب استوانه ای از جنس گرافیتی جای میگیرد (شکل ۲b). در این مطالعه یک برنامه سیکل حرارتی مشابهی تحت خلا:torr ^۵-۱× ۱ و تحت فشار مکانیکی ۴۵ MPa برای تمام نمونه ها مطابق شکل ۳ عمل شده است. بطوریکه مشاهده میشود ابتدا یک سیکل ایزوترم C°۸۰۰ جهت عمل گازدایی پودر و سپس سیکل ایزوترم اصلی در °C ۱۴۵۰ بمدت ۳۰ دقیقه اعمال گردیده است. سیکل حرارتی مشابهی منتهی بدون حضور یودر جهت تعیین میزان انبساط پیستون و قالب و حذف آن از تغییرات جابجایی پیستون بالایی در هـنگام زینتریـنگ پـودر انجام گرفته است. لازم به ذکر است که پیستون پایینی ثابت بوده و جابجایی پیستون بالایی است که میزان حرکتآان به سمت یایین معیار تراکم پذیری می باشد.

روش تحقیق مواد اولیه

پودر مورد استفاده آلومینای تجارتی^ با خلوص بالا (۹۹/۹۹٪) بوده که شامل ۵۰۰PPm وزنی اکسید منیزیم می باشد. ترکیب شیمیایی و توزیع دانه بندی این یودر مطابق با انچه شرکت مورد سفارش ارائه داده در جـدول و شـکل (۱) امده است. با توجه به انها می توان به خلوص بالا و سطح ویژه بالای ان (۱۰m²/g) و همینطور. توزیع دانه بندی نسبتا باریک ان پی برد. و طبق ویژگیهای ارائه شده از طرف شركت الماني بكووسكي أين پودر تحت فرايند اتميزاسيون * جهت آگلومره زدايي وهمگني در شـکل و انـدازه ذرات (ذرات ریـز و کروی) قرار گرفته و در طـى ايـن فرايـند از مـواد افزودنـي آلـي استفاده شده كه توجیه کننده درصد قابل توجه کربن در پودر میباشد. لازم به ذکر است که یک عملیات حرارتی جهت حذه مواد الی در یک اتمسفر معمولی بر روی این پودر انجام گرفته است و انالیز داده شده در جدول (۱) مربوط به محصول این مرحله می باشد.

Archive of SID

نشریه دانشکده فنی، جلد ۳۷، شماره ۳، آذر ماه ۱۳۸۲



شکل ۲: شمای کوره زینترینگ تحت فشار (۲۰ تن ,C۰ °۲۰۰۵): ۱- پایه تثبیت کننده، ۲- قسمت متحرک سیستم، ٤- سلول اندازه گیری نیرو، ۷- کوره، ۸- حامل پیستون، ۹- پیستون گرافیتی، ۱۰- محفظه گرافیتی استوانه ای، ۱۱- لوله مخروطی استوانه ای، ۱۲- قرصهای نازک گرافیتی، ۱۳ - ورقه گرافیتی بعنوان استر لوله مخروطی E-: اب جهت خنک نمودن .



شکل ۳: شمای سیکل پخت تحت بار برای یک قالب با قطر ۳۷ میلیمتر.

ندازه گیری دانسیته

دانسیته نمونه ها ی زینتر شده با استفاده از روش ارشمیدس تعیین شد و در ان از الکل متیلیک بعنوان مایع غوطه وری استفاده گردید و یک نمونه آلومینای منوکریستال بعنوان نمونه مرجع جهت کنترل دانسیته الکل در دمای مربوطه مورد استفاده قرار گرفت. بعد از اندازه گیریهای لازم مقادیر دانسیته از رابطه زیر محاسبه شده اند[۲]:

 $D_s = D_{ref} m_r (m_1 - m_r) / [m_1 (m_r - m_r)]$

D_s: دانسیته نمونه مورد نظر D_{ref}:دانسیته نمونه مرجع m₁: جرم نمونه مرجع در هوا m₇: جرم نمونه مرجع در الکل m₇: جرم نمونه مورد نظر در هوا m₅: M₇: جرم نمونه مورد نظر در الکل

www.SID.ir

449

						-	
بازپخت					زينترينگ		
14 + 14	14	1800 + 1800	14	14	14	1400	درجه حرارت (سانتی گراد)
هوا + اکسیژن	فشاراکسیژن کنترل شدہ	هوا + خلا	هوا	هوا	خلا: T∙ ^۵ T	خلا: T [⊷] ۲	اتمسفر
۴/۵ + ۴/۵	۴/۵	۴/۵ + ۴/۵	۱/۵	۴/۵	۴/۵	•/۵	زمان (ساعت)
-	-	74.	-	١٧٩	۲۳۵	774	تعداد دانه
-	-	۱/•۶	-	1/•4	• /89	• 188	اندازه دانه (میکرون)
٣/۶٣	٣/٩٧	8/888	٣/٨٧	۳/۶۹۹	٣/٩٩	٣/٩٩۵	دانسیته گرم بر سانتی مترمکعب)
خاكسترى	خاکستری	خاكسترى	سفيد	سفيد	سياه	سياه	رنگ
•/•	•/•	•/•	•/٢	•/۴۵	•/•	•/•	ضخامت پوسته سفید (میلیمتر)

مختلف باز پخت .	به ازمایشات	نتايج مربوط	جدول۲:
-----------------	-------------	-------------	--------

(واحد فشار) T: torre

آنيل يا بازپخت نمونه ها

جهت مشاهدات میکروسکوپی لازم بود حکاکی حرارتی یا عمل بازپخت بر روی نمونه های ترجیحا پولیش شده انجام گیرد. این عملیات حرارتی در دمای ۲۰°۲۰ و در اتمسفر های مختلف هوا، تحت خلا و فشار اکسیژن کنترل شده انجام گرفت. برای اتمسفر هوا عمل بازپخت در دو مدت زمان ۹۰ و ۲۷۰ دقیقه انجام گرفت. برای هر سیکل بازپخت یک نمونه منوکریستال آلومینا در کنار نمونه زینتر شده جهت مقایسه استفاده گردید. شرایط مختلف بازپخت و نتایج مربوط به آنها در جدول (۲) آمده اند.

مشاهدات میکروسکوپی جاروبی^{۱۲} نمونه های بازپخت شده بعد از ایجاد یک پوشش

نازک کربن یا طلا توسط دستگاه اسپری بخار از نوع BALZERS, SCD, 040 مسورد مشاهدات میکروسکوپی توسط میکروسکوپ , ISM, JEOL, JSM میکروندکوپی توسط میکروندکوپ , 840A, LGS: Philips XL20

عبورى ١٣

آماده سازی نمونه ها: ابتدا مقاطع ناز کی به ضخامت mm /۵ mm در زینترینگ تحت بار) و به دنبال ان محور فشار اعمالی در زینترینگ تحت بار) و به دنبال ان با ساییدن ضخامت به حد میکرونی μm (۳۰–۵۰) میرسد. در مرحله بعدی نمونه در داخل حفره ای به عمق پسر ۳۰ سل ۳۰ سایده با نوعی پسب رزینی محکم میشود و عمل سایش بر روی یک سطح شیشه ای اغشته به سوسپانسیونی از ذرات ساینده کربور سیلیسیم به قطر ۳μ۳ ادامه می یابد (شکل ۴).

نشریه دانشکده فنی، جلد ۳۷، شماره ۳، آذر ماه ۱۳۸۲



شکل ٥: تغییرات فاصله بین دو پیستون در ضمن زینترینگ تحت بار به عنوان تابعی از زمان، درجه حرارت و بار مکانیکی .

دانه ها را بصورت زیرمحاسبه مینماییم [۶]: A=A₀×10⁸/[(GG₀)²N] (۷) A: مساحت کل مجموعه G: بزرگنمایی مطابق با فیلم نگاتیو G₀: بزرگنمایی عکس چاپ شده نسبت به فیلم نگاتیو.

با فرض ایـنکه اکثریت دانه ها کروی باشند قطر متوسط دانه ها از رابطه زیر محاسبه مشود

d=1.38A^{0.5}

بمباران یونی^{۱۴} با پتانسیل بالای ۵ کیلو ولت قرار گرفته و عمل نازک شدن تا ایجاد سوراخ در مرکز نمونه به قطر ۱۰/۱ mm دامه مییابد. در نهایت با ایجاد یک پوشش نازک کربنی مشاهدات میکروسیکوپی در محدوده بزرگنمایی ۵۰۰۰ الی ۱۰۰۰۰۰ توسط میکروسیکوپی الکترونی عبوری از نوع JEOL 200 CX انجام گرفت.

در مرحله نهایی نمونه در داخل دستگاه سایش توسط

تعيين قطر متوسط دانه ها

با کنار هم قرار دادن عکسهای مربوط به ریز ساختار دانه ای برای چند نقطه مجاور مجموعه ای بهم پیوسته از ۴۰۰–۳۰۰ دانه را تشکیل داده وسطح متوسط

(٨)

Archive of SID

401

نتايج و بحث

منحنی های تراکم پذیری بر اساس ثبت داده های جابجایی لحظه ای پیستون بعنوان تابعی از دما و فشار در ضمن فرایند زینترینگ توسط سیستم انفورماتیک سیستم و با در نظر گرفتن انبساط قالب و پیستونهای گرافیتی (شکل ۵) میتوان دانسیته نمونه ای به قطر d را در هر لحظه مطابق با رابطه ۹ محاسبه نمود:

 $D(t)=m/[(\Pi d^2/4).h_t]$

(۹)

که در ان h_t به عنوان ارتفاع نمونه در هر لحظه به صورت زیر تعریف میشود: $h_{\pm} = h_{\pm} = h_{\pm}$

 $h_t = (\Delta h_{max} - \Delta h) + h_f$

(1.)

h_f: ضـخامت نهایـی نمونه، Δh: فاصله بین دو پیستون در هر لحظه که بطور اتوماتیک توسط سیستم کنترل میشود، Δh_{max}: ماکـزیمم فاصـله بیـن دو پیسـتون. در شـروع زینترینگ با بدست اوردن دانسیته نهایی نمونه (رابطه ۱۱) دانسـیته نسـبی در هر لحظه از رابطه ۱۲ محاسبه میشود که نتایج ان در شکل (۶) امده است.

 $D(f) = m/[(\Pi d^2/4).h_f]$:

(11)

d، قطرنمونه که ثابت است m : جرم پودر مورد استفاده

 $D(t)/D(f) = h_f/h_t = D_r$

(17)

Dr:دانسیته نسبی در هر لحظه

با توجه به منحنی تراکم پذیری الومینا میتوان دید که دانسیته نهایی نمونه زینتر شده به دانسیته تئوری خیلی نزدیک است. مشاهدات میکروسکوپی نیز ساختاری متراکم و همگن را نشان میدهد (شکل ۶). در اتمسفر خلا می توان فرض نمود که گاز حبس شده در تخلخلها وجود نداشته و بنابر این تراکم پذیری میتواند تا بسته شدن کامل یک حفره یا تخلخل پیش رود. از طرف دیگر حضور MgO در داخل پودر نیز نقش موثری در رسیدن آلومینا به دانسیته تئوری دارد چرا که MgO تحرک پذیری مرز

های دانه را کاهش داده و در مقابل تحرک پذیری تخلخلها را افزایش میدهد [۴]. تخلخلها بتدریج در ضمن فرایند زینترینگ جذب مرز های دانه میشوند عاملی که میتواند الومینا را به دانسیته تئوری نزدیک نماید بدون اینکه رشد دانه ای غیر نرمالی در ساختار مشاهده شود.

تغیـیرات رنگ و دانسیته نمونه های زینتر شده قبل و بعد از بازپخت

اکثریت نمونه ها بعد از پخت تغییر رنگ داده و

از خاکستری تا سیاه تغییر میکند در حالیکه پودر اولیه سفید رنـگ اسـت دلایـل زیـر میـتواند توجیه کننده این پدیده باشد.

۱-حضور حدود ۱/۳٪ کربن در پودر اولیه بصورت ترکیبات
 آلی بعنوان ناخالصی و تجزیه ان به گرافیت در اتمسفر
 خلاء

۲ - وجود اتمسفر خلاء در طول عملیات زینترینگ عاملی برای ایجاد جاهای خالی زیاد بعنوان عیوب نقطه ای بوده چرا که ناخالصیهای فلزی فرار چون ...,Zn, Mg, Ti نمونه خارج می شوند که کاهش شفافیت نمونه را بدنبال دارد[۷].

۳- به علت تماس سطوح پودر با دیواره های قالب، ورق و قرصهای گرافیتی امکان نفوذ کربن و آلوده شدن پودر وجود دارد. در این مورد برای رفع این مشکل یک لایه نازک از نیترید بر روی سطوح اسپری شده تا از هر گونه واکنش بین الومینا و کربن جلوگیری نماید[۸].

رنگ نمونه ها بعد از عملیات باز پخت مجددا به رنگ سفید تغییر می یابد که شدت ان به دما و زمان باز پخت بستگی دارد. این تغییر رنگ را میتوان به اکسید شدن کربن بواسطه اتمسفر هوا نسبت داد که فاکتور کنترل کننده سرعت نفوذ اکسیژن به داخل نمونه میباشد. با توجه به داده های بدست آمده در آزمایشات مختلف بازپخت (جدول ۲) به نظر میرسد که بین تغییرات ضخامت پوسته سفید رنگ تشکیل شده بر روی سطح نمونه(X) و زمان (1) و ضریب دیفوزیون (D) رابطه زیر بر قرار است:

 $X^2=2Dt$

Archive of SID





شـکل (۷) خطـی بودن تغییرات ضخامت پوسته بر حسب t^{1/2} را نشـان مـیدهد. برای نمونه های باز پخت شده تحت خـلاء تغییر رنگی مشاهده نشد چرا که اکسیداسیون کربن رخ نمیدهد.

با توجه به جدول (۲) دیده میشود که مقادیر دانسیته برای نمونه ها بعد از باز پخت در هوا (جدول ۲) نسبت به مقادیر دانسیته پخت کاهش یافته است. دلایل

توجیهی را میتوان بصورت زیر عنوان نمود: ۱-اکسیژن با مصرف کربن وتولید CO حبابهای متورمی در نمونه ایجاد می نماید که تصویر میکروسکوپی شکل (۸) این اثر را در داخل دانه های کریستالی نشان میدهد ۲-وجود انیزوتروپی در رشد دانه ها نیز میتواند مسئول ایجاد حفره زایی در مرز دانه ها باشد[۹].



شکل ۹: تصویر میکروسکوپی الکترونی SEM برای نمونه باز پخت شده تحت خلا .



شکل ۱۰ : تصویر میکروسکوپی الکترونی TEM برای نمونه باز پخت شده در هوا که بخوبی رسوبات نقطه ای کربنی را در داخل دانه ها نشان می دهد.

> برای بازپخت تحت خلاء تغییرات دانسیته ای مشاهده نشد و تصاویرمیکروسکوپی نیز هیچگونه تخلخلی را نشان نمیدهند و ساختار دانه ای متراکم باقی میماند (شکل ۹).

مرفولوژی و اندازه دانه ها

تغییراتی در اندازه و یا شکل دانه ها برای نمونه های بازپخت شده تحت خلاء مشاهده ننمودیم که میتواند مربوط به باقی ماندن گرافیت در داخل نمونه بصورت نقاط رسوبی پراکنده درداخل دانه ها و یا مرز دانه ها باشد همانطور که تصاویر میکروسکوپی آن را نشان میدهد (شکل ۱۰) واین ذرات رسوبی نقش ممانعت در برابر حرکت مرز دانه ها را دارند.

تخلخلها کنترل شده و بستگی به ضریب دیفوزیون سطحی آنها دارد[۱۰]:

 $dG/dt=Ds/G^{r}(1-\rho)^{r/r}$

(14)

: ضریب دیفوزیون سطحی تخلخلها، ho: دانسیته نسبی، \mathbf{D}_s : اندازه دانه

بازپخت تحت اتمسفر هوا موجب اکسیداسیون کربن و بدنبال ان افزایش تخلخل میگردد از طرف دیگر بواسطه حضور MgO افزایش Ds را داریم [۴] نتیجتا زمینه مساعدی برای رشد دانه فراهم میشود همانطور که مشاهدات میکروسکوپ الکترونی آن را نشان میدهد. نشریه دانشکده فنی، جلد ۳۷، شماره ۳، آذر ماه ۱۳۸۲

نتيجه گيري کلي

۲- تخلخلها که عامل کنترل کننده رشد دانه در مرحله آخر زینترینگ بوده قبلا حذف شده اند.
۳- محیط خلا باعث شده تا MgO نقش مثبتی در جهت جلوگیری از رشد دانه ایفا نماید.
امکان تهیه موادی با دانسیته نزدیک به تئوری و در عین مکان تهیه موادی با دانسیته نزدیک به تئوری و در عین حال دارای ساختار دانه ای ریز و همگن را امکان پذیر می سازد. بازپخت نمونه ها در محیط با فشار اکسیژن کنترل شده و تحت خلا بخوبی نقش اتمسفر بر روی دانسیته و رشد دانه را نشان داده و نتایج گفته شده در بالا را مورد تایید قرار میدهد.

در کند شدن سرعت رشد دانه ها دارد.

با توجه به مجموعه نتایج میتوان گفت که نوع اتمسفر نقش مهمی بر روی دانسیته وساختار دانه ای ایجاد شده در ضمن فرایند پخت و بازپخت دارد. اول از همه اینکه فرایند زینترینگ تحت خلاء دستیابی به دانسیته نزدیک به تئوری بواسطه عدم حضور گاز در داخل تخلخلها را تضمین مینماید و از طرف دیگر محیط خلاء نقش مثبتی در جهت جلوگیری از رشد دانه را دارد، که میتواند به دلایل زیر باشد:

۱- وجـود ۱/۵٪ کربـن در پـودر اولـیه یـا نفـوذ کربـن از
 سیسـتم ماشـین زینتریـنگ به نمونه باعث ظهور رسوبات
 نقطه ای و پراکنده در نمونه آلومینا شده که نقش مهمـی

مراجع

- 1 Vieira, J. M. and Brook, R. J. (1983). "Kinetic of hot pressing: Semilogaithmic law." J. Am. Ceram. Soc., Vol. 67, PP. 245-49.
- 2 Beere, W. (1975). "Diffusional flow and hot-pressing: A study on MgO." J. mater. Sci., Vol. 10, PP. 1434-40.
- 3 Coble, R. L. (1970). "Diffusion models for hot-pressing with surface energy and pressure effects as driving force." *J. Appl. Phys.*, Vol. 41, PP. 4798-807.
- 4 Berry, K. A. and Harmer, M. P. (1986). "Effect of MgO solute on microstructure development in Al2O3." J. Am. Ceram. Soc., Vol. 69, PP. 143-49.
- 5 Bae, S. I. and Baik, S. (1994). "Critical concentration of MgO for the prevention of abnormal grain growth in Al2O3." *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 77, PP. 2499-504.
- 6 Sato, E. and Carry, C. (1993). "Effect of yttrium doping on sintering of fine grained alumina." *Third Euro-Ceramic*, VOI. 1, PP. 691-696.
- 7 Gerard-Hirne, J. (1986). "Introduction a l,etude du frittage." Conference sur le frittage par lindustrie ceramique francaise, EDS: L,industrie Ceramique, PP. 1-9.
- 8 Harmer, M. P. and Brook, R. J. (1980). "The effect of MgO addition on the kinetics of hot pressing in Al2O3." J. Mater. Sci., Vol. 15, PP. 3017-24.
- 9 Rodl, J. and Glaeser, A. M. (1990) "Anisotropy of grain growth in alumina." J. Am. Ceram. Soc., Vol. 73, PP. 3292-301.
- 10 Bennison, S. J. and Harmer, M. P. (1985). "Grain growth kinetics for alumina in the absence of q liquid phase." J. Am. Ceram. Soc., Vol. 68, C-22_.C-24.

1 - Hot-isostatic pressing

2 - Hot-pressing5 - Toughness

8 - Baikovski SM8

- 7 Thermal etching

4 – Herring

- 10 Centorr 11 Instron
- 13 TEM: Transmission Electron Microscope
- 14 Thinning bombardment (Gatan)

- واژه های انگلیسی به ترتیب استفاده در متن
- 3 Nabarro
- 6 Superplasticity
- 9 Atomisation
- 12 SEM: scanning electron microscope