

# مطالعات ریز ساختاری آلومینای ریز دانه محتوی کربن و اکسید منیزیم

## مهدی کلانتر

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)

## چکیده

جهت 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 ۴۵ MPa 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.

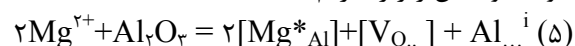
## واژه های کلیدی: زینترینگ، آلومینا، اکسید منیزیم، ریزساختار

## مقدمه

بدین ترتیب اکسید منیزیم با ایجاد جاهای خالی باعث افزایش  $D_L$  و  $D_B$  (به ترتیب ضرایب دیفوزیونی شبکه ای و مرزدانه ای) شده و افزایش سرعت دیفوزیون در الومینا را بدنبال دارد که باعث افزایش تراکم پذیری شده و همینطور به علت محفوظ ماندن ارتباط بین مرز دانه و تخلخل از رشد دانه غیر نرمال جلوگیری مینماید [۴]. از طرف دیگر گفته شده که رشد غیر نرمال دانه های آلومینا معمولاً مربوط به حضور کاتیونهای ناخالصی چون  $Ca$  و  $Si$  و تشکیل فاز شیشه ای میباشد، در اینجا نیز یونهای منیزیم دخالت نموده و با تشکیل یک محلول جامد تحرک مرز دانه ها را میکاهد. در حقیقت در راستای واکنش بالا جهت خنثی ماندن شبکه، یونهای  $Si^{+4}$  وارد شبکه شده و از میزان فازآمورف سیلیکات کاسته میشود [۵].

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:

تردی همراه با سختی بالای سرامیکها دامنه کاربردی آنها را محدود نموده و جهت توسعه آن لازم است چقرمگی یا تافنس<sup>۵</sup> و قابلیت شکل دهی مکانیکی یا خواص سوپر پلاستیسیته<sup>۶</sup> آنها را افزایش داد. برای بهبود خواص مکانیکی پارامترهای زیادی را باید در نظر گرفت، در درجه اول پارامترهای مربوط به پودر 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 پذیری و سرعت رشد دانه مورد نظر را حاصل نمود. مثلاً 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 مینمایند. با وارد شدن منیزیم در داخل شبکه آلومینا واکنش زیر را داریم:



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.

$$\Delta C/C_0 = -[P_{eff} \Omega / (KT)] \quad (۳)$$

$\Delta C/C_0$ : تغییرات غلظت جاهای خالی T: دما به کلون  
 $\Omega$ : حجم اتمی K: ثابت بولتزمن  
 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 نتیجتاً اختلاف انرژی سطح دارد:

$$\Delta C/C_0 = 2\gamma\Omega / (RKT) \quad (۴)$$

R: شعاع انحنا یک تخلخل کروی  
 حضور تنش فشاری بر روی سطوح مقعر و تنشهای کششی بر روی سطوح محدب گرادیان غلظت جاهای خالی بین دو نقطه را افزایش داده و نتیجتاً سرعت تراکم پذیری نسبت به حالت زینترینگ بدون بار بطور قابل توجهی بالاتر خواهد بود و با دمایی 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 بررسی قرار گرفته و در ادامه مطالعات ریز ساختاری نمونه های پخت شده قبل و بعد از عملیات اچینگ حرارتی<sup>۷</sup> انجام گرفته است.

نرخ تراکم پذیری یک پودر در ضمن یک سیکل ایزوترم و در حضور بار مکانیکی (زینترینگ تحت بار) تقریباً از رابطه زیر پیروی مینماید [۱]:

$$D(t) = D_0 + K \ln t \quad (۱)$$

که در آن t زمان لحظه ای زینترینگ، D(t): دانسیته نسبی،  $D_0$  و K ثوابت تراکم پذیری ماده بوده و مقدار آنها 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<sup>۱</sup> یا تنش محوری<sup>۲</sup> بر روی مجموعه پودر مورد زینترینگ مکانیزمهای تراکم پذیری سرعت و شتاب بیشتری بخود میگیرند. بطور کلی سه نوع تنش در ضمن فرایند زینترینگ دخالت دارند و بر سرعت تراکم پذیری تاثیر پذیرند ۱- کشش سطحی ( $\gamma$ ) که در رابطه با سطوح انحنا دار تخلخلها مطرح است و به علت تفاوت انحنا از یک حفره به حفره 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 ( $P_{eff}$ ) که به علت حضور تخلخلها در مرز دانه ها این تنش بالاتر از تنش اعمالی ( $P_a$ ) میباشد بطوریکه در مراحل اولیه زینترینگ نسبت  $P_{eff}/P_a$  تابع نسبت سطح نهایی ( $A_f$ ) به سطح تماس برای هر دانه ( $A_j$ ) میباشد [۲]:

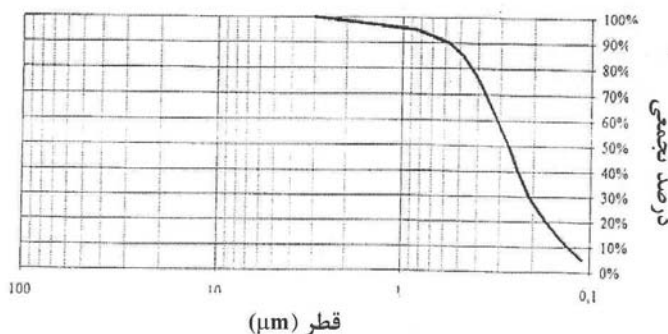
$$P_{eff} = P_a (A_f/A_j) \quad (۲)$$

معمولاً 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<sup>۳</sup> و هرینگ<sup>۴</sup> اشاره نمود که در آن مرز دانه ها به عنوان یک منبع دهنده جاهای

جدول ۱: ترکیب شیمیایی پودر SM8 .

عنصر	%C	%N	P (ppm)	Fe (ppm)
مقدار	۱/۳۱	۰/۲۵	۸۰۰	۱۷۵



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

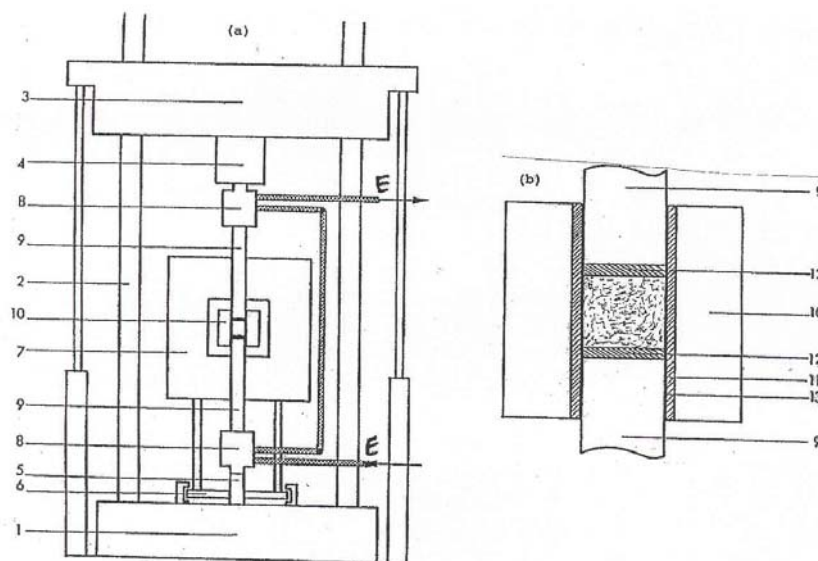
### فرایند شکل دهی و پخت

تمام عملیات زینتریگ تحت بار با استفاده از یک دستگاه متشکل از کوره سنتور<sup>۱۰</sup> با مقاومت گرافیتی و دمای ماکزیمم  $2200^{\circ}\text{C}$  و سیستم الکترومکانیک اعمال نیرو از نوع اینسترون<sup>۱۱</sup> با بار ماکزیمم ۲۰ تن انجام گرفته است (شکل ۲a). در این سیستم پودر 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:  $10^{-5}$  torr و تحت فشار مکانیکی  $45\text{ MPa}$  برای تمام نمونه ها مطابق شکل ۳ عمل شده است. بطوریکه مشاهده میشود ابتدا یک سیکل ایزوترم  $800^{\circ}\text{C}$  جهت عمل گازدایی پودر و سپس سیکل ایزوترم اصلی در  $1450^{\circ}\text{C}$  بمدت ۳۰ دقیقه اعمال گردیده است. سیکل حرارتی مشابهی منتهی بدون حضور پودر جهت تعیین میزان انبساط پیستون و قالب و حذف آن از تغییرات جابجایی پیستون بالایی در هنگام زینتریگ پودر انجام گرفته است. لازم به ذکر است که پیستون پایینی ثابت بوده و جابجایی پیستون بالایی است که میزان حرکت آن به سمت پایین معیار تراکم پذیری می باشد.

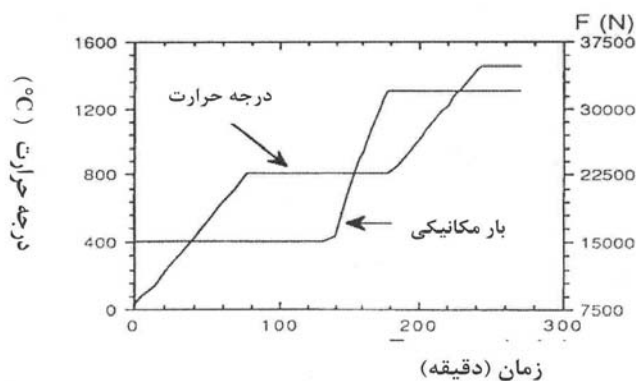
### روش تحقیق

#### مواد اولیه

پودر مورد استفاده آلومینای تجارته<sup>۸</sup> با خلوص بالا (۹۹/۹۹٪) بوده که شامل  $500\text{ PPM}$  وزنی اکسید منیزیم می باشد. ترکیب شیمیایی و توزیع دانه بندی این پودر مطابق با آنچه شرکت مورد سفارش ارائه داده در جدول و شکل (۱) آمده است. با توجه به آنها می توان به خلوص بالا و سطح ویژه بالای آن ( $10\text{ m}^2/\text{g}$ ) و همینطور. توزیع دانه بندی نسبتا باریک آن پی برد. و طبق ویژگیهای ارائه شده از طرف شرکت المانی بکووسکی<sup>۸</sup> این پودر تحت فرایند اتمیزاسیون<sup>۹</sup> جهت آگلومره زدایی و همگنی در شکل و اندازه ذرات (ذرات ریز و کروی) قرار گرفته و در طی این فرایند از مواد افزودنی آلی استفاده شده که توجیه کننده درصد قابل توجه کربن در پودر میباشد. لازم به ذکر است که یک عملیات حرارتی جهت حذم مواد آلی در یک اتمسفر معمولی بر روی این پودر انجام گرفته است و آنالیز داده شده در جدول (۱) مربوط به محصول این مرحله می باشد.



شکل ۲: شمای کوره زینترینگ تحت فشار (۲۰ تن، ۲۲۰°C Hot-pressing): ۱- پایه تثبیت کننده، ۲- قسمت متحرک سیستم، ۳- سلول اندازه گیری نیرو، ۴- کوره، ۵- حامل پیستون، ۶- پیستون گرافیتی، ۷- محفظه گرافیتی استوانه ای، ۸- لوله مخروطی استوانه ای، ۹- 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.

$$D_s = D_{ref} m_r(m_1 - m_2) / [m_1(m_r - m_f)]$$

اندازه گیری دانسیته

- $D_s$ : دانسیته نمونه مورد نظر
- $D_{ref}$ : دانسیته نمونه مرجع
- $m_1$ : جرم نمونه مرجع در هوا
- $m_2$ : جرم نمونه مرجع در الکل
- $m_3$ : جرم نمونه مورد نظر در هوا
- $m_4$ : جرم نمونه مورد نظر در الکل

دانسیته نمونه های زینتر شده با استفاده از روش ارشمیدس تعیین شد و در آن 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]:

جدول ۲: نتایج مربوط به آزمایشات مختلف بازپخت .

بازپخت						زینترینگ	
۱۴۰۰ +	۱۴۰۰	۱۴۰۰ +	۱۴۰۰	۱۴۰۰	۱۴۰۰	۱۴۵۰	درجه حرارت (سانتی گراد)
۱۴۰۰		۱۴۰۰					
هوا +	فشاراکسیژن کنترل شده	هوا +	هوا	هوا	خلا: ۱۰ <sup>-۵</sup> T	خلا: ۱۰ <sup>-۵</sup> T	اتمسفر
اکسیژن		خلا					
۴/۵ +	۴/۵	۴/۵ +	۱/۵	۴/۵	۴/۵	۰/۵	زمان (ساعت)
۴/۵		۴/۵					
-	-	۲۴۰	-	۱۷۹	۲۳۵	۲۲۴	تعداد دانه
-	-	۱/۰۶	-	۱/۰۴	۰/۶۶	۰/۶۶	اندازه دانه (میکرون)
۳/۶۳	۳/۹۷	۳/۶۸۶	۳/۸۷	۳/۶۹۹	۳/۹۹	۳/۹۹۵	دانسیته گرم بر سانتی مترمکعب)
خاکستری	خاکستری	خاکستری	سفید	سفید	سیاه	سیاه	رنگ
۰/۰	۰/۰	۰/۰	۰/۲	۰/۴۵	۰/۰	۰/۰	ضخامت پوسته سفید (میلیمتر)

T: torre (واحد فشار)

نازک کرین یا طلا توسط دستگاه اسپری بخار از نوع BALZERS, SCD, 040 مورد مشاهدات میکروسکوپی توسط میکروسکوپ JEOL, JSM, 840A, LGS: Philips XL20 قرار گرفتند

عبوری<sup>۱۳</sup>

آماده سازی نمونه ها: ابتدا مقاطع نازکی به ضخامت ۰/۵ mm برش داده شده (در راستای موازی با محور فشار اعمالی در زینترینگ تحت بار) و به دنبال آن با ساییدن ضخامت به حد میکرونی (۳۰-۵۰) μm میرسد. در مرحله بعدی نمونه در داخل حفره ای به عمق ۳۰ μm که بر روی پلاک شیشه ای ایجاد شده با نوعی چسب رزینی محکم میشود و عمل سایش بر روی یک سطح شیشه ای اغشته به سوسپانسیونی از ذرات ساینده کربور سیلیسیم به قطر ۳ μm ادامه می یابد (شکل ۴).

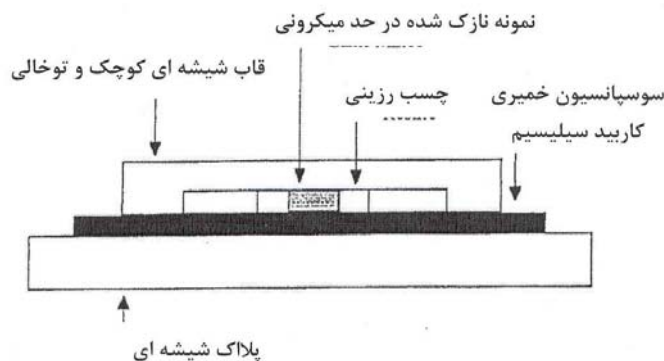
## آنیل یا بازپخت نمونه ها

جهت مشاهدات میکروسکوپی لازم بود حکاکی حرارتی یا عمل بازپخت بر روی نمونه های ترجیحا پولیش شده انجام گیرد. این عملیات حرارتی در دمای ۱۴۰۰°C 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.

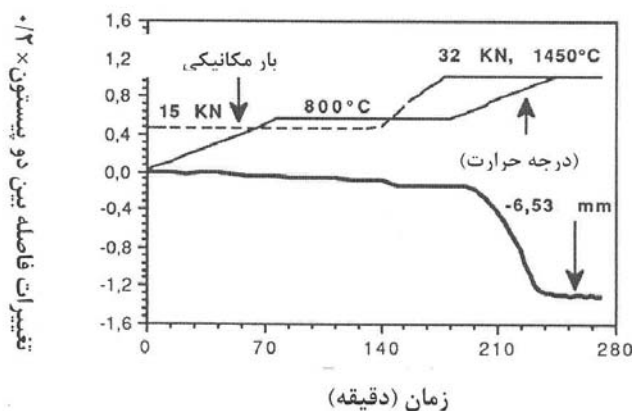
## مشاهدات میکروسکوپی

چاروبی<sup>۱۲</sup>

نمونه های بازپخت شده بعد از ایجاد یک پوشش



شکل ۴: پلاک شیشه ای جهت سایش نمونه های میکروسکوپی الکترونی عبوری.



شکل ۵: تغییرات فاصله بین دو پیستون در ضمن زینترینگ تحت بار به عنوان تابعی از زمان، درجه حرارت و بار مکانیکی.

دانه ها را بصورت زیر محاسبه مینماییم [۶]:

$$A = A_0 \times 10^8 / [(GG_0)^2 N] \quad (7)$$

$A_0$ : مساحت کل مجموعه  $G$ : بزرگنمایی مطابق با فیلم نگاتیو  $G_0$ : بزرگنمایی عکس چاپ شده نسبت به فیلم نگاتیو.

با فرض اینکه اکثریت دانه ها کروی باشند قطر متوسط دانه ها از رابطه زیر محاسبه میشود

$$d = 1.38A^{0.5} \quad (8)$$

در مرحله نهایی نمونه در داخل دستگاه سایش توسط بمباران یونی<sup>۱۴</sup> با پتانسیل بالای ۵ کیلو ولت قرار گرفته و عمل نازک شدن تا ایجاد سوراخ در مرکز نمونه به قطر ۰/۱ mm ادامه مییابد. در نهایت با ایجاد یک پوشش نازک کربنی مشاهدات میکروسکوپی در محدوده بزرگنمایی ۵۰۰۰ الی ۱۰۰۰۰۰ توسط میکروسکوپی الکترونی عبوری از نوع JEOL 200 CX انجام گرفت.

#### تعیین 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 ۳۰۰-۴۰۰ دانه را تشکیل داده و سطح متوسط

## نتایج 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:

$$D(t) = m / [(\pi d^2 / 4) \cdot h_t] \quad (9)$$

که در آن  $h_t$  به عنوان ارتفاع نمونه در هر لحظه به صورت زیر تعریف میشود:

$$h_t = (\Delta h_{\max} - \Delta h) + h_f \quad (10)$$

$h_f$ : ضخامت نهایی نمونه،  $\Delta h$ : فاصله بین دو پیستون در هر لحظه که بطور اتوماتیک توسط سیستم کنترل میشود،  $\Delta h_{\max}$ : ماکزیمم فاصله بین دو پیستون. در شروع زینترینگ با بدست آوردن دانسیته نهایی نمونه (رابطه ۱۱) دانسیته نسبی در هر لحظه از رابطه ۱۲ محاسبه میشود که نتایج آن در شکل (۶) آمده است.

$$D(f) = m / [(\pi d^2 / 4) \cdot h_f] \quad (11)$$

$d$ ، قطر نمونه که ثابت است

$m$ : جرم پودر مورد استفاده

$$D(t) / D(f) = h_f / h_t = D_r \quad (12)$$

$D_r$ : 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.

## تغییرات 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 میکنند در حالیکه پودر اولیه سفید رنگ است دلایل زیر میتواند توجیه کننده این پدیده باشد.

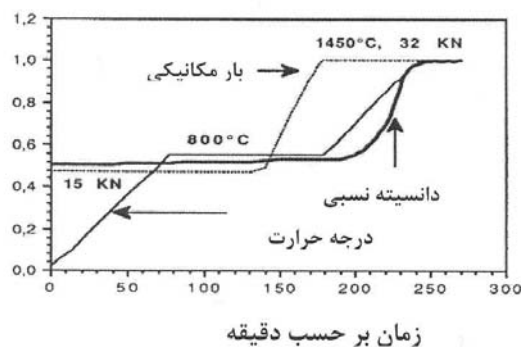
۱- حضور حدود ۱/۳٪ کربن در پودر اولیه بصورت ترکیبات آلی بعنوان ناخالصی و تجزیه آن به گرافیت در اتمسفر خلا

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

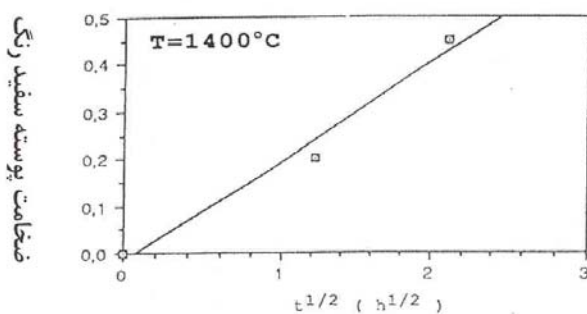
۳- به علت تماس سطوح پودر با دیواره های قالب، ورق و قرصهای گرافیتی امکان نفوذ کربن و آلوده شدن پودر وجود دارد. در این مورد برای رفع این مشکل یک لایه نازک از نیتريد بر روی سطوح اسپری شده تا از هر گونه واکنش بین الومینا و کربن جلوگیری نماید [۸].

رنگ نمونه ها بعد از عملیات باز پخت مجدداً به رنگ سفید تغییر می یابد که شدت آن 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 ( $t$ ) و ضریب دیفیوژن ( $D$ ) رابطه زیر بر قرار است:

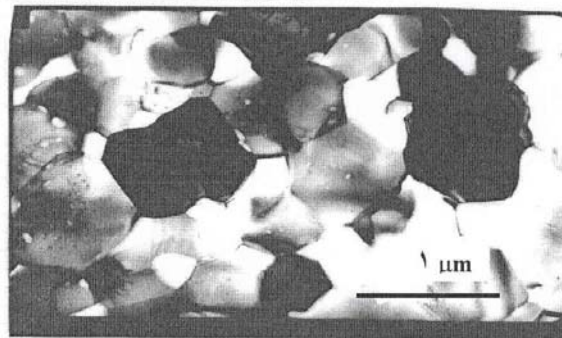
$$X^2 = 2Dt \quad (13)$$



شکل ۶: تغییرات دانسیته نسبی در ضمن زینتریگ تحت بار به عنوان تابعی از زمان، درجه حرارت و بار مکانیکی.



شکل ۷: تغییرات ضخامت پوسته بر حسب مجذور زمان.

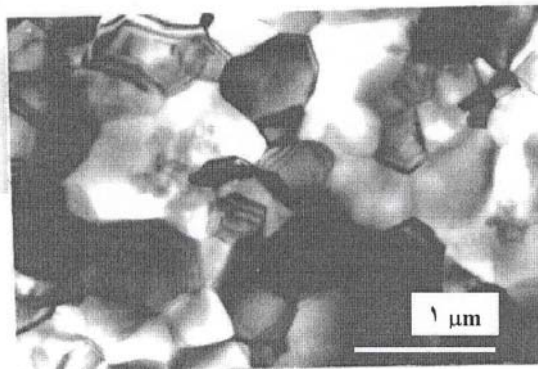


شکل ۸: تصویر میکروسکوپی الکترونی SEM برای نمونه باز پخت شده در هوا.

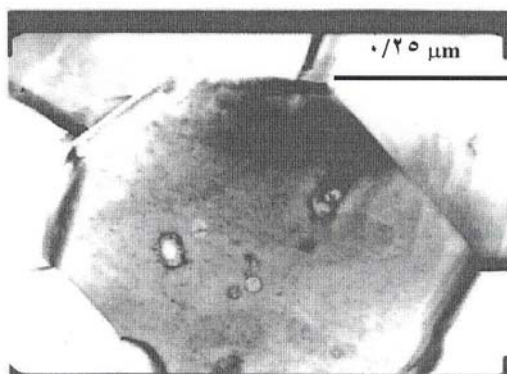
توجیهی را میتوان بصورت زیر عنوان نمود:  
 ۱- اکسیژن با مصرف کربن و تولید CO حبابهای متورمی در نمونه ایجاد می نماید که تصویر میکروسکوپی شکل (۸) این اثر را در داخل دانه های کریستالی نشان میدهد  
 ۲- وجود انیزوتروپی در رشد دانه ها نیز میتواند مسئول ایجاد حفره زایی در مرز دانه ها باشد [۹].

شکل (۷) خطی بودن تغییرات ضخامت پوسته بر حسب  $t^{1/2}$  را نشان میدهد. برای نمونه های باز پخت شده تحت خلاء 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 بازپخت در هوا (جدول ۲) نسبت به مقادیر دانسیته پخت کاهش یافته است. دلایل





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.

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

$$dG/dt = D_s/G^2(1-p)^{4/3}$$

(۱۴)

$D_s$ : ضریب دیفوزیون سطحی تخلخلها،  $p$ : دانسیته نسبی،  $G$ : اندازه دانه

بازپخت تحت اتمسفر هوا موجب اکسیداسیون کربن و بدنبال آن افزایش تخلخل میگردد از طرف دیگر بواسطه حضور  $MgO$  افزایش  $D_s$  را داریم [۴] نتیجتاً زمینه مساعدی برای رشد دانه فراهم میشود همانطور که مشاهدات میکروسکوپ الکترونی آن را نشان میدهد.

برای بازپخت تحت خلاء تغییرات دانسیته ای مشاهده نشد و تصاویر میکروسکوپی 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 نمودیم که میتواند مربوط به باقی ماندن گرافیت در داخل نمونه بصورت نقاط رسوبی پراکنده در داخل دانه ها و یا مرز دانه ها باشد همانطور که تصاویر میکروسکوپی آن را نشان میدهد (شکل ۱۰) و این ذرات رسوبی نقش ممانعت در برابر حرکت مرز دانه ها را دارند.

سرعت رشد دانه در ضمن زینتینگ معمولاً بوسیله

## نتیجه گیری کلی

با توجه به مجموعه نتایج میتوان گفت که نوع اتمسفر نقش مهمی بر روی دانسیته و ساختار دانه ای ایجاد شده در ضمن فرایند پخت و بازیخت 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- وجود ۱/۵٪ کربن در پودر اولیه یا نفوذ کربن از سیستم ماشین زینترینگ به نمونه باعث ظهور رسوبات نقطه ای و پراکنده در نمونه آلومینا شده که نقش مهمی

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

## مراجع

- 1 - Vieira, J. M. and Brook, R. J. (1983). "Kinetic of hot pressing: Semilogarithmic 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 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>." *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 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>." *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*, Vol. 1, PP. 691-696.
- 7 - Gerard-Hirne, J. (1986). "Introduction a l'etude du frittage." *Conférence sur le frittage par l'industrie 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 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>." *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.

## واژه های انگلیسی به ترتیب استفاده در متن

- |                                            |                   |                                        |
|--------------------------------------------|-------------------|----------------------------------------|
| 1 - Hot-isostatic pressing                 | 2 - Hot-pressing  | 3 - Nabarro                            |
| 4 - Herring                                | 5 - Toughness     | 6 - Superplasticity                    |
| 7 - Thermal etching                        | 8 - Baikovski SM8 | 9 - Atomisation                        |
| 10 - Centorr                               | 11 - Instron      | 12 - SEM: scanning electron microscope |
| 13 - TEM: Transmission Electron Microscope |                   |                                        |
| 14 - Thinning bombardment (Gatan)          |                   |                                        |