

## مطالعه تراکم پذیری و خواص مکانیکی نمونه‌های نیتروسیلیسیم تهیه شده از طریق ریخته‌گری دوغابی و مقایسه آن با روشهای شکل دادن مکانیکی\*

مهدی کلانتار<sup>(۱)</sup> جان دوبوا<sup>(۲)</sup> ژیلبرت فانتز<sup>(۳)</sup>

**چکیده** بررسی و مطالعه روش‌های مختلف ساخت سرامیکهای نیتريد سیلیسیمي بخصوص از طريق ريخته‌گري دوغابي در راستای تهیه موادی با چگالی بالا، ریزساختاری هموزن و در عین حال دارای ساختار خودتقویتی، که در نتیجه آن خواص مکانیکی پیشرفته‌ای به نیتروسیلیسیم می‌دهد از اهداف اولیه این مطالعه می‌باشد. براین اساس ابتدا نمونه‌های خام زیادی بر مبنای پودرهای با خصوصیات متفاوت، روش‌های مختلف شکل دادن و تکنیکهای متفاوت پخت تهیه شده و سپس خواص فیزیکی، تحولات میکروساختاری و خواص مکانیکی آنها مورد مطالعه قرار گرفتند. در نهایت ساخت سرامیکهای نیتريد سیلیسیمي از طريق ريخته‌گري دوغابی و مزیت آن بر سایر روشها مورد بحث قرار گرفته است.

**واژه‌های کلیدی** سرامیک، نیتريد سیلیسیم، ریخته‌گری دوغابی، ریزساختار، خواص مکانیکی

### Optimized Microstructure of Non-Oxid Ceramics Obtained by Different Routes and Their Corresponding Mechanical Properties

M. Kalantar

J. Dubois

G. Fantozz

**Abstract** *The slip-casting process and the resultant monolith are strongly dependent on the nature of the powder dispersion (powder activity, phase composition, impurity content and particle morphology). Specially, the volum loading of particle, the degree of dispersion, pH, temperature and the particle packing contribute to the microstructure of the cake. This paper will describe results of investigation of the ability to fabricate sintered materials from different silicon nitride powders having different properties by three method of fabrication: 1-Hot-pressing 2-Slip casting forming followed by a natural sintering 3-Cold isostatic forming followed by a natural sintering. Evaluation is carried out on the influence of starting powders characteristics on the forming process (green density), on the microstructural and mechanical properties of sintered materials.*

**Key Words** Ceramic, Silicon Nitride, Slip Casting, Sintering, Microstructural Parameters, Mechanical Properties.

\* نسخه اولیه مقاله در تاریخ ۸۰/۴/۳۱ و نسخه نهایی آن در تاریخ ۸۰/۱۰/۹ به دفتر نشریه رسیده است.

۱- استادیار دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه یزد

۲- پروفیسور مرکز تحقیقات سرامیک انستیتو ملی علوم کاربردی لیون فرانسه

۳- پروفیسور و مسئول مرکز تحقیقات سرامیک انستیتو ملی علوم کاربردی لیون فرانسه

## مقدمه

فرآیند شکل دادن بدنه‌های سرامیکی همانند دیگر مراحل ساخت سرامیکها چون آماده‌سازی پودر و یا تف‌جوشی، نقش مهمی در تراکم‌پذیری و خواص نهایی محصول دارد. این مرحله برای سرامیکهای کوالانت و سخت که نیروی مکانیکی به مراتب بالاتری برای فشرده‌شدن لازم دارند اهمیت بیشتری پیدا می‌کند: چرا که اعمال نیروی مکانیکی بالا بر روی پودرهای سرامیکی، بخصوص پودرهای ریز، در بیشتر موارد موجب بروز عیوبی چون عدم یکنواختی در میزان تراکم پودر و به دنبال آن ایجاد ترکهای ریز در موقع پخت بدنه و در ریز ساختار نهایی ظاهر می‌شود [1] مگر اینکه شرایط ویژه‌ای را در مرحله پخت برای حذف آنها بکار بگیریم. از میان روشهای شکل دادن برای سرامیکهای پیشرفته، ریخته‌گری دوغابی قابلیت کنترل بالاتری داشته [2,3,4,5] و به‌طور کلی دارای ویژگیهای ممتاز زیر می‌باشد:

۱- برای قطعات بزرگ و با فرم پیچیده مناسب می‌باشد.

۲- تولید سری با قطعات ریز در یک مجموعه به‌طور هم‌زمان امکان‌پذیر است

۳- هزینه ساخت قطعه از این روش خیلی کمتر از روشهای دیگر چون پرس سرد، اکستروژن و تزریقی می‌باشد.

۴- حذف مرحله خشک‌کردن پودر قبل از شکل دادن. این مرحله در بیشتر موارد سبب کلوخه‌ای شدن پودر می‌شود.

در فرآیند ریخته‌گری دوغابی نیروی مکانیکی هیچگونه نقشی در روی هم قرارگرفتنی ذرات که برای تولید یک نمونه متراکم لازم است، ندارد بلکه نقش اساسی برعهده نیروی موئینگی است که از طرف قالب

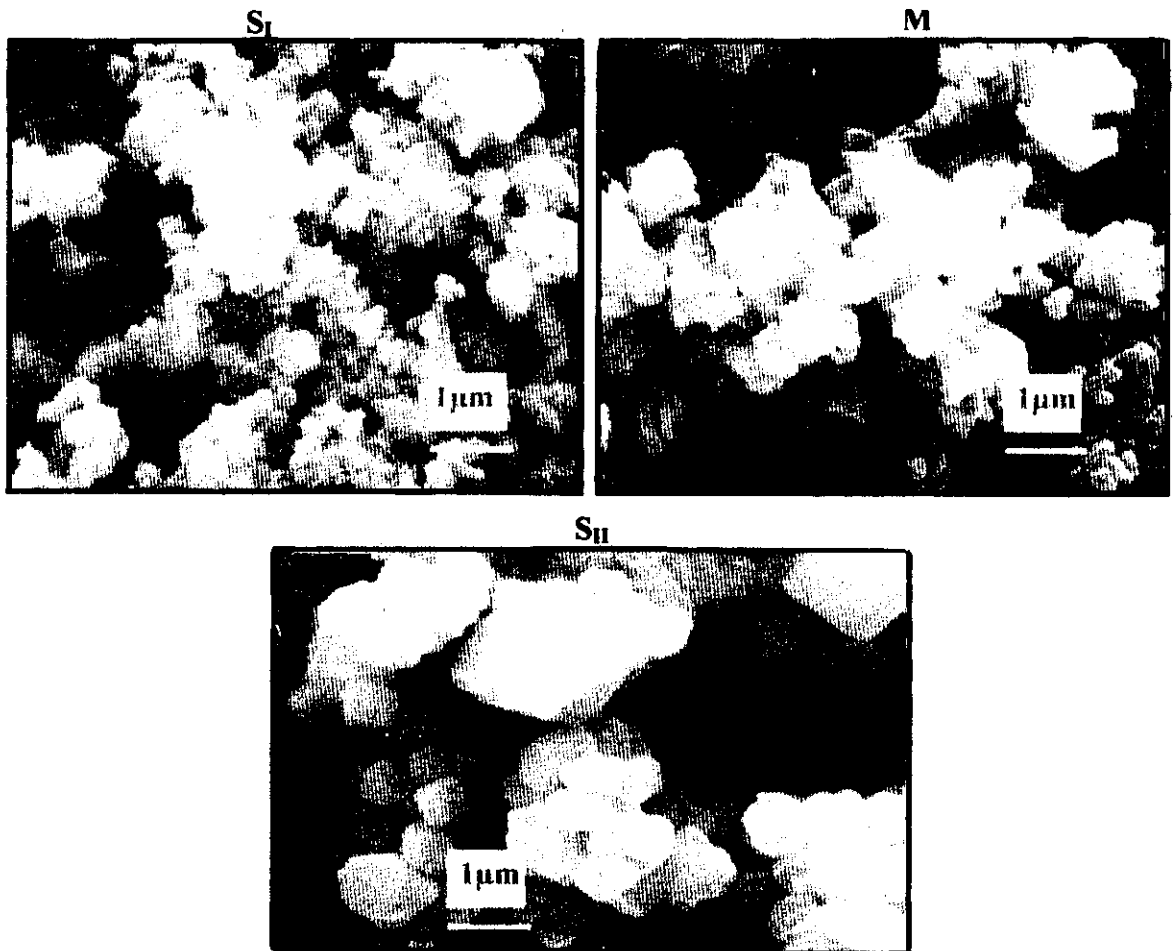
گچی بر روی ذرات داخل سوسپانسیون اعمال می‌شود. پایداری و خواص رئولوژی سوسپانسیون با اضافه کردن ترکیبات آلی یا معدنی بعنوان مواد پراکنده ساز تنظیم می‌گردد. این ترکیبات با ایجاد یک پوشش میکرونی بر روی سطح ذرات باعث اعمال یک شارژ الکتریکی دفعه‌ای بین آنها شده به طوری که با نیروی جاذبه و اندروالز بین ذرات مخالفت می‌نماید که در نتیجه از جمع‌شدگی ذرات و یا عمل لخته‌شدن (Flucculation) جلوگیری می‌نماید. عوامل زیادی در عملکرد ریخته‌گری دوغابی دخالت می‌نماید که از جمله می‌توان به طبیعت پودر، نوع و مقدار مواد پراکنده‌ساز، دما، غلظت و pH سوسپانسیون اشاره نمود [6,7,8,9,10]. این مقاله سعی دارد تا قابلیت ساخت نمونه‌های نیترو سلیسیم از طریق ریخته‌گری دوغابی با استفاده از انواع پودرهای با خواص متفاوت مورد بحث قرار داده و آن را با تکنیکهای دیگر ساخت نمونه‌های نیترو سلیسیم چون پست تف‌جوشی تحت بار (Hot-Pressing) و روش سنتی (پرس سرد + تف‌جوشی معمولی) مقایسه نماید. در ضمن فرآیند پخت تکمیلی (Post-Sintering) بر روی نمونه‌های ریخته‌گری دوغابی پس از عمل تف‌جوشی معمولی مورد مطالعه قرار گرفته است.

## روش تحقیق

مواد اولیه . تعداد زیادی از انواع پودر نیترو سلیسیم از نظر دانه‌بندی، مرفولوژی، نوع و میزان فازها توسط اشعه x و میکروسکوپ الکترونی مورد آنالیز قرار گرفتند و از میان آنها چهار پودر که وجه تمایز مشخصی داشتند انتخاب شدند (جدول ۱، شکل ۱). دو نوع افزودنی  $Y_2O_3$  و  $Al_2O_3$  بعنوان کمک تف‌جوش در نظر گرفته شده و به نسبت  $1/5 Al_2O_3 + 8Y_2O_3$  به پودر نیترو سلیسیم اضافه شدند [10].

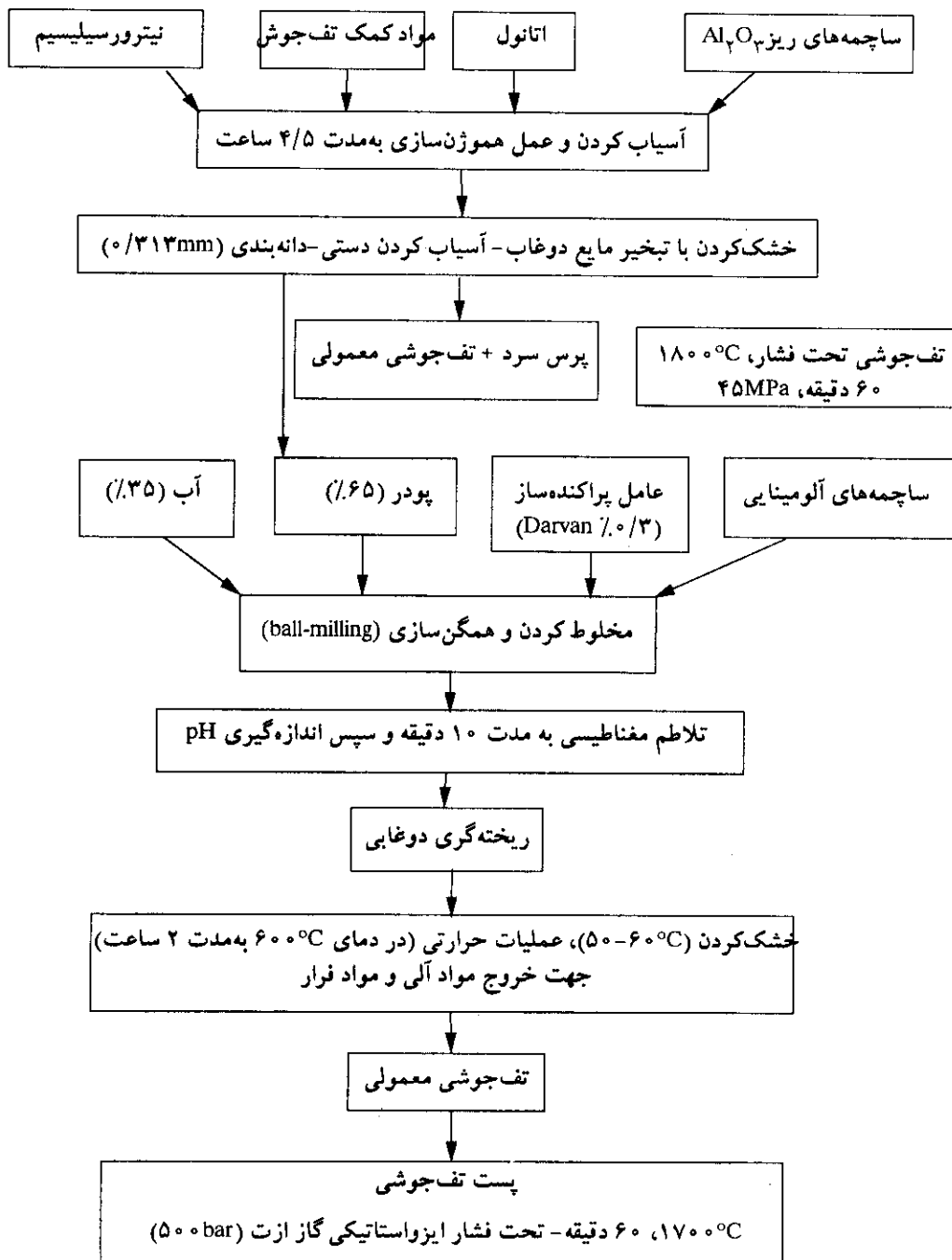
جدول ۱ مشخصات و خواص پودرهای نیترو سلیسیم مورد مصرف

خواص پودر	نوع پودر			مواد افزودنی (۱۱-۹/۵)	
	M	S <sub>I</sub>	S <sub>II</sub>	AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
اندازه ذرات (μm)	۰/۷	۰/۳	۰/۷	۰/۳	۴
دانسیتته پودری (g/cm <sup>۳</sup> )	۳/۱۴	۳/۱۲	۳/۱۶	۳/۹۸	۴/۸۴
درصد α	≥۹۰	≥۹۵	≥۹۷	۹۴	-
مورفولوژی ذرات	ورقه‌ای	هم‌محور	هم‌محور	-	-
سطح مخصوص (m <sup>۲</sup> /g)	۱۲-۱۵	۹-۱۳	۴-۶	۸	۳/۹



شکل ۱ تصاویر میکروسکوپ الکترونی: مورفولوژی ذرات برای پودرهای S<sub>I</sub>، S<sub>II</sub> و M

فرآیند ساخت نمونه. مراحل اصلی ساخت نمونه‌ها (۲) به‌طور شماتیک نمایش داده شده‌اند.  
 (آماده‌سازی پودر، شکل دادن و تف‌جوشی) در شکل



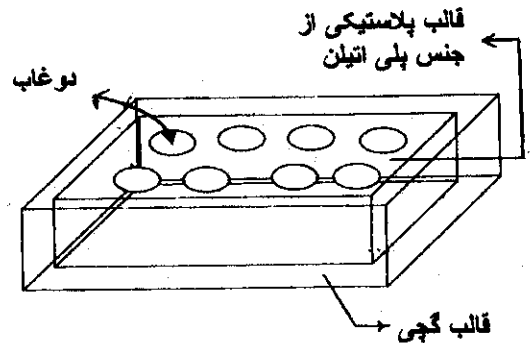
شکل ۲ مراحل اصلی فرآیند ساخت نمونه

جلوگیری از تجزیه نیترو سلیسیم نمونه‌ها در یک بستر پودر محافظ و خنثی با ترکیب مشابه قرار گرفته تا اینکه فشار بخار سلیسیم و ازت در سطح نمونه‌ها در حد تعادل باقی بمانند. در ضمن پودر مورد نظر قبل از این مراحل تحت عملیات حرارتی در دمای  $1500^{\circ}\text{C}$  قرار گرفته است تا زمینه هرگونه فعل و انفعال با سطح نمونه از بین برود. برای جلوگیری از ترک خوردگی، نمونه‌ها تحت سیکلهای حرارتی مختلفی در ضمن فرآیند پخت قرار گرفته‌اند که در این مطالعه برنامه زیر بهترین جواب را داده است:

- ۱- دمای محیط  $500^{\circ}\text{C}$  با سرعت  $4^{\circ}\text{C}$  بر دقیقه تحت خلا نسبی ( $10^{-4}\text{mbar}$ )
- ۲- ایزوترم  $500^{\circ}\text{C}$  بمدت ۲۰ دقیقه تحت فشار یک اتمسفری گاز ازت
- ۳-  $500^{\circ}\text{C}$  تا  $1200^{\circ}\text{C}$  با سرعت  $10^{\circ}\text{C}$  بر دقیقه
- ۴-  $1200^{\circ}\text{C}$  تا  $1800^{\circ}\text{C}$  با سرعت  $15^{\circ}\text{C}$  بر دقیقه
- ۵- ایزوترم  $1800^{\circ}\text{C}$  بمدت یک ساعت (این دما و زمان در مجموع حالت اپتیمم از نظر دانسیته و ریزساختار دانه‌ای برای انواع پودرهای نیترو سلیسیم عمل نموده به طوری که تجربیات دیگران نیز این را تایید می‌کنند [5].
- ۶- کاهش دما تا  $1200^{\circ}\text{C}$  با سرعت  $15^{\circ}\text{C}$  بر دقیقه
- ۷- قطع کوره و خنک شدن نمونه در داخل آن

**تعیین خواص فیزیکی و مکانیکی.** از نمونه‌های دیسکی شکل تف‌جوش شده نمونه‌های مکعب مستطیلی به ابعاد  $25 \times 4 \times 3$  تهیه گردیده و بعد از عملیات ماشینکاری دو وجه بزرگ آنها تا حد ۱ میکرون پولیش شدند. استحکام سرد و تافنس شکست نمونه‌ها توسط آزمایشات خمشی چهار نقطه‌ای با نسبت فاصله تکیه‌گاهی  $35/10$  (شکل ۴) بر روی ماشین اینسترون (Instron: Schenck) با سرعت انتقالی  $0.5/\text{mm/min}$  و با کمک گرفتن از روابط ۱ و ۲ تعیین گردیدند.

همانطور که دیده می‌شود از یک عامل پایدارکننده به میزان  $3/0\%$  جهت تعلیق و پراکندگی یکنواخت ذرات جامد در داخل دوغاب استفاده شده است. این عامل که یک ترکیب انیونی آلی به‌عنوان مثال سولفونت‌ها می‌باشد با پوشش بر روی ذرات آنها را به‌طور منفی باردار نموده و نیروی دافعه بین آنها افزایش یافته و از واکنش بین ذرات جلوگیری شده و بدین ترتیب از لخته شدن دوغاب جلوگیری می‌نماید. این ترکیبات معمولاً به شکل قطرات مایع اضافه می‌شود. قالب ریخته‌گری دوغابی تشکیل شده از یک قالب پلاستیکی (پلی اتیلن) که بواسطه آن تهیه نمونه‌های با قطر  $37\text{mm}$  و ضخامت  $4\text{mm}$  و یا قطر  $50\text{mm}$  و ضخامت  $8\text{mm}$  امکان‌پذیر بوده و یک قالب گچی (گچ پاریس) که آب دوغاب را از پایین جذب می‌نماید (شکل ۳).



شکل ۳ مجموعه قالب گچی و پلاستیکی برای ریخته‌گری دوغابی نمونه‌های دیسکی شکل به قطر  $37$  میلی‌متر و ضخامت  $4$  میلی‌متر

نمونه‌ها بعد از جدانمودن از قالب بمدت ۳ روز در محیط مرطوب نگهداری می‌شوند تا به‌طور ملایم خشک شده و از ایجاد ترک جلوگیری شود. سپس آنها را در یک خشک‌کن با دمای  $40-50^{\circ}\text{C}$  بمدت ۳-۴ روز نگه می‌داریم. عملیات تف‌جوشی برای تمامی موارد در دمای  $1800^{\circ}\text{C}$  بمدت ۶۰ دقیقه انجام گرفته است. برای

از سختی سنجی و یکرز برای اندازه گیری سختی نمونه ها و از متد دینامیکی Grindo-Sonic برای اندازه گیری مدول الاستیسیته استفاده گردید:

$$E = 0.94642 / 10^{-9} (m/B)(L/W)^2 f^2 T(\nu, W/L) \quad (5)$$

E: مدول الاستیسیته (GPa)

m: جرم نمونه (g)

L: طول نمونه (mm)

W: ضخامت نمونه (m)

B: عرض نمونه (mm)

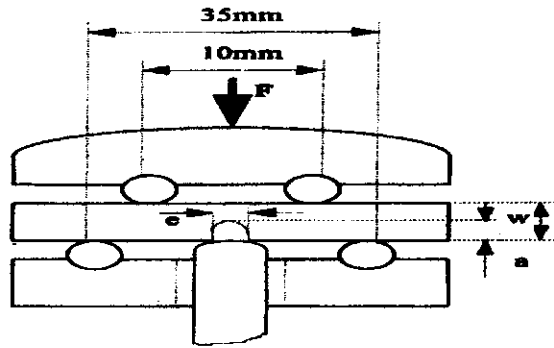
f: فرکانس رزونانس (Hz)

$\nu$ : ضریب پواسون است و  $T(\nu)$  به صورت زیر تعریف می شود:

$$T(\nu) = 1 + 6/585(1 + 0.072\nu + 0.8109\nu^2)(W/L)^2 - 0.868(W/L)^4 - [8/34(1 + 0.02023\nu + 2/173\nu^2)(W/L)^2] / [1 + 6/338(1 + 0.14081\nu + 1/536\nu^2)(W/L)^2] \quad (6)$$

دانسیتیه نمونه های تف جوش شده به کمک روش ارشمیدس و دانسیته خام (قبل از تف جوشی) به طریق هندسی (اندازه گیری جرم و محاسبه حجم) تعیین گردیدند.

**مطالعات ریزساختاری.** برای شناسایی و تعیین درصد فازهای موجود در پودر اولیه از پرایش اشعه X با مشخصات (40KV، 20mA، با هدف مسی و فیلتر نیکلی) استفاده گردید. برای مطالعات میکروسکوپی نمونه های پولیش شده مورد اپچینگ پلازما قرار گرفتند. نمونه ها در داخل یک راکتور استوانه ای که تحت فرکانس رزونانس 2/45GHz است قرار گرفته و مخلوط گازی CF<sub>4</sub>+O<sub>2</sub> بعد از وارد شدن مورد پلازما قرار می گیرد به طوری که بونهای F بانمونه های نیتروسیلیسیم وارد واکنش می شود:



شکل ۴ مجموعه خمش ۴ نقطه ای برای اندازه گیری استحکام و تافنس شکست

$$\sigma_f = 1/5P \frac{L-l}{BW^2} \quad (1)$$

$\sigma_f$ : استحکام شکست

F(P): نیروی اعمالی بر حسب نیوتن

B: عرض نمونه 35-10

L-l: فاصله تکیه گاهی

W: ضخامت نمونه (mm)

$$K_{1C} = \sigma_c Y \sqrt{a\Pi} \quad (2)$$

a: عمق شیار ایجاد شده

$\sigma_c$ : استحکام شکست نمونه شیار خورده در آزمایش

تعیین تافنس شکست

$K_{1C}$ : تافنس شکست

Y: فاکتور شکل هندسی نمونه که برای حالت

خمش چهار نقطه ای به صورت زیر تعریف می شود:

$$Y = F(z/W) = \sqrt{\frac{2}{\Pi}} \cdot \frac{W}{a} \cdot \tan \frac{\Pi}{2} \frac{a}{W}$$

$$\frac{0.923 + 0.199(1 - \sin \frac{\Pi}{2} \frac{a}{W})}{\cos \frac{\Pi}{2} \frac{a}{W}}$$

$$\cos \frac{\Pi}{2} \frac{a}{W} \quad (3)$$

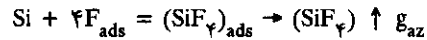
با استفاده از مقادیر  $K_{1C}$  و  $\sigma_f$  می توان طول ترک

بحرانی را که به ازای آن گسیختگی شروع می شود

محاسبه نمود:

$$a_c = K_{1C}^2 / \sigma_c^2 \cdot 1 / [\pi F(a/w)^2] \quad (4)$$

(Wotting) انجام گرفت [12].



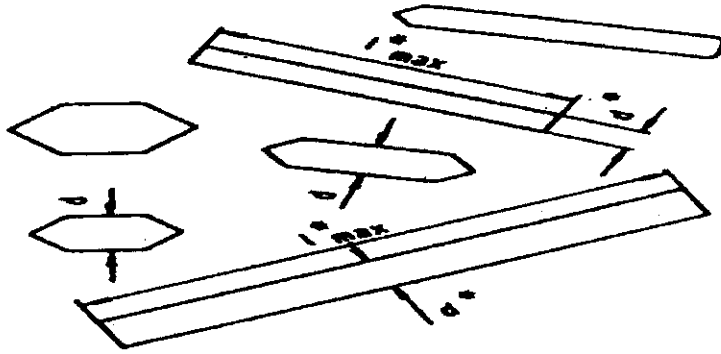
بدین ترتیب دانه‌های نیتروور سیلیسیم مورد حمله قرار گرفته و فاز مرز دانه (فاز شیشه) دست نخورده باقی می‌ماند [13]. بهترین نتیجه از عمل اچینگ با ولتاژ پلاریزاسیون ۲۲۰ ولت، زمان ۳ دقیقه و تحت فشار گاز ۱ mtor به دست آمد. برای نشان دادن درجه همگنی و چگونگی حضور تخلخلها در ریزساختار و همچنین برای آنالیز کمی و کیفی ریزساختارهای نمونه‌های مورد مطالعه مانند قطر متوسط دانه‌ها  $\bar{d}$  و نسبت کشیدگی متوسط دانه‌ها ( $\bar{a} = 1^*/d^*$ ) (شکل ۵) یا به عبارتی تعیین مرفولوژی و شکل هندسی دانه‌ها، مشاهدات ریزساختاری توسط میکروسکوپ الکترونی جارویی (JEOL : Philips XL20) در بازه بزرگنمایی‌های ۱۰۰۰X تا ۸۰۰۰X انجام گرفت. آنالیز کمی ریزساختارها با استفاده از روش و تینگ

### نتایج و بحث

جدول ۲ نتایج اندازه‌گیریهای خواص فیزیکی و مکانیکی را برای نمونه‌های خام یا تف‌جوش شده نشان می‌دهد. در جدول (۲) دیده می‌شود که نمونه‌های تهیه شده از طریق سنتی نتایج خوبی حاصل نمی‌شود و نیتروورسیلیسیم در این حالت حاوی ۸٪ تخلخل می‌باشد (شکل ۶ را ببینید). بر همین اساس فرآیند ریخته‌گری دوغابی بر روی پودرهای مختلف جهت به دست آوردن خواص بهینه اعمال شد. تقریباً برای تمامی پودرهای اشاره شده در جدول ۱، دوغاب آنها به‌طور طبیعی pH حول و حوش ۹ را داشتند که از pH نقطه بحرانی (لخته‌شدگی) بالاتر می‌باشد، چرا که pH نقطه ایزوالکتریک (Isoelectric) برای نیتروورسیلیسیم بین ۷-۸ می‌باشد [4]. در تجربیات مختلف ثابت شده که

جدول ۲ مشخصات فیزیکی و مکانیکی مواد تف‌جوش شده در ۱۸۰۰°C به مدت یک ساعت تحت اتمسفر ازت (۱ atm)

شماره نمونه	مشخصات نمونه	pH	دانسیته خام (%Dth)	دانسیته پخت gr/cm <sup>3</sup>	استحکام شکست MPa)	تافنس شکست (MPa.m <sup>1/2</sup> )
	ریخته‌گری دوغابی					
۱	M	۹/۲	۵۷/۵	۳/۲۶	۷۵۵±۶۳	۱۰
۲	S <sub>I</sub>	۸/۹	۵۵	۳/۲۴	۶۴۴±۱۰۶	۷/۵
۳	S <sub>II</sub>	۹/۴	۶۰/۵	۳/۲۵	۷۱۴±۹۵	۹/۴
۴	پرس خشک (M)	—	۵۴/۸	۳/۱۴	۴۱۳±۶۰	—
	تف‌جوشی تحت بار					
۵	M	—	—	۳/۲۶	۷۶۸±۱۰۶	۷/۷
۶	S <sub>I</sub>	—	—	۳/۲۷	۸۴۰±۱۰۶	۹
۷	S <sub>II</sub>	—	—	۳/۲۷	۷۰۰±۳۷	۹/۸
۸	پست تف‌جوشی					
	S <sub>II</sub>	—	—	۳/۲۷	۸۰۰±۳۰	۶



شکل ۵ نمایش شماتیکی پارامترهای ریزساختاری چون قطر و نسبت کشیدگی متوسط دانه

(نمونه ۲:  $D_{th} 55\%$ ).

در حقیقت با کمیت مساوی با دیگر پودرها پودر  $S_I$  میزان بالاتری از ماده افزودنی پراکنده‌ساز بر روی سطح ذرات سوسپانسیون جذب نموده تا به یک ویسکوزیته پایینی برسد. بنابراین برای مقادیر معادل از ماده پراکنده‌ساز پودر  $S_I$  دوغابی با ویسکوزیته بالاتر را می‌دهد و مطابق جدول ۲ مقدار pH دوغاب این پودر نزدیک‌تر به pH نقطه بحرانی ایزوالکتریک می‌باشد که به مفهوم کمتر بودن نیروی دافعه بین ذرات از نیروی جاذبه بین آنها می‌باشد به عبارتی سوسپانسیون ناپایدارتر بوده و تمایل به لخته شدن دارد.

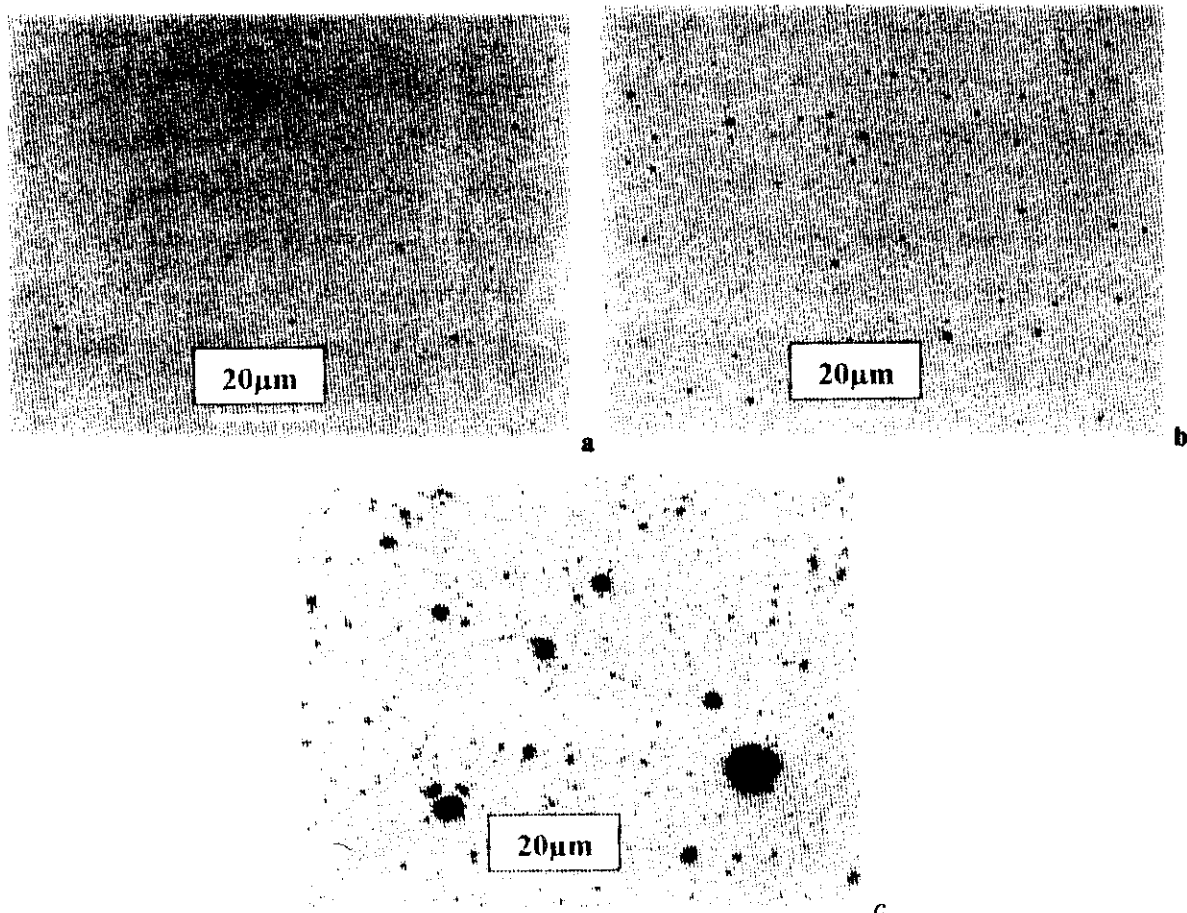
تراکم مکانیکی پودر توسط نیروی محوری (پرس سرد) به علت وجود نیروی اصطکاک درونی بین ذرات و بین ذره و قالب یک ناهمگنی در توزیع دانسیته حاصل می‌شود. با ترکیب پرس محوری و پرس ایزواستاتیک این ناهمگنی بهبود یافته و دانسیته کلی به میزان ۱۵٪ افزایش می‌یابد. با وجود این نمی‌توان به دانسیته خام نتیجه شده در فرآیند دوغابی رسید (جدول ۲). البته در بهترین شرایط پودری و در فشارهای بالای پرس ایزواستاتیک دانسیته معادل دانسیته ریخته‌گری به دست آمده است [1].

با تنب:جوشی نمونه‌های ریخته‌گری دوغابی تحت اتمسفر کنترل شده (ازت: ۹۵۰ bar) می‌توان نمونه‌های

pH=۷-۸ برای نیترو سلیسیم مقدار بحرانی بوده به طوری که هر اندازه pH دوغاب از این مقدار بازی‌تر باشد ویسکوزیته دوغاب کاهش یافته و پتانسیل زتا (Zeta potential) به سمت مقادیر منفی سوق داده می‌شود [11].

با مقایسه دانسیته خام برای دو تکنیک ریخته‌گری دوغابی و پرس سرد (ایزواستاتیک) دیده می‌شود که برای نمونه‌های خام به دست آمده از طریق ریخته‌گری دوغابی دانسیته‌های بالاتری حاصل می‌شود  $D_{th} 65-55\%$  در حالیکه از طریق مکانیکی مقادیر  $D_{th} 55-50\%$  را داریم. لازم به ذکر است که این مقادیر دانسیته خام ریخته‌گری قابل مقایسه با مقادیر بدست آمده با دوغاب ۱/۵٪ پلی‌وینیل الکل و pH برابر با 5 [5] و بالاتر از مقادیر به دست آمده در شرایط مشابه می‌باشد [1]. از میان پودرهای مورد استفاده برای ریخته‌گری دوغابی، پودرهای M و  $S_{II}$  که از نظر اندازه ذرات پودرهای درشتی محسوب می‌شوند ( $7\mu m$ )، دانسیته خام بالاتری را می‌دهند. در این میان پودر  $S_{II}$  قابل توجه‌تر است و بیشترین دانسیته خام را به خود تخصیص می‌دهد ( $D_{th} 65\%$ ) که می‌تواند مربوط به مرفولوژی هم محور ذرات و شکل هندسی منظم آنها و همین‌طور توزیع محدود و باریک از اندازه ذرات نسبت به دو پودر دیگر باشد (شکل ۱ را ببینید). پودر ریز  $S_I$  با سطح مخصوص بالا ( $2/9-13\text{ cm}^2/\text{gr}$ ) دانسیته نسبتاً ضعیفتری را می‌دهد





شکل ۶ تصاویر میکروسکوپی نوری از سطح نمونه‌های تفجوش شده با روش شکل‌دهی الف- تفجوشی تحت فشار ب- ریخته‌گری دوغابی پ- پرس سرد

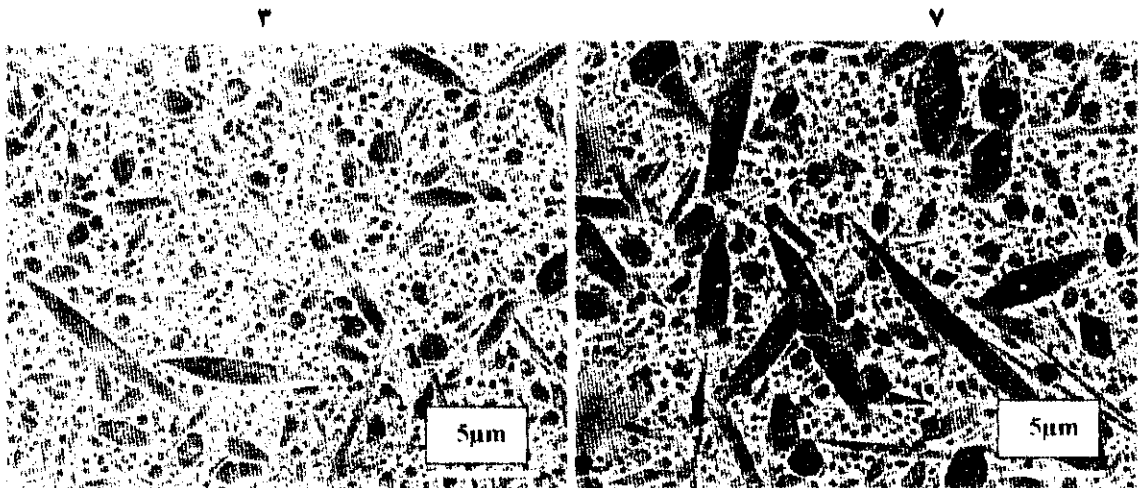
و تفجوشی تحت بار (نمونه ۷) نشان می‌دهد که ریز ساختار مشابهی برای هر دو حاصل شده است. خواص مکانیکی برای نمونه تهیه شده بر مبنای پودر ریز  $S_{II}$  از طریق ریخته‌گری دوغابی (نمونه ۲) نسبت به نمونه ۳ در سطح پایین‌تری می‌باشد (جدول ۲) که براساس توضیحات قبلی قابل توجیه است. اما برای همین پودر اگر فرآیند تفجوشی تحت بار بر روی آن انجام گیرد (نمونه ۶) ساختار دانه‌ای ریزی (شکل ۷) با خواص مکانیکی بمراتب بالاتری حاصل می‌شود (استحکام شکست :  $860\text{ MPa}$  و

نیترور سیلیسیمی با دانسیته نزدیک به نمونه‌های حاصله از تفجوشی تحت بار بدست آورد (جدول ۲). دانسیته خام بالا (۰.۶۵) و همینطور هموزنی مطلوب از نظر توزیع عیوب و تخلخل برای نمونه‌های ریخته‌گری دوغابی قابلیت تفجوشی آن را به‌طور قابل توجهی افزایش داده و در نتیجه خواص مکانیکی معادل نمونه‌های تفجوشی تحت بار حاصل می‌شود (جدول ۲). مشاهدات میکروسکوپی نمونه‌های پخت شده براساس پودر  $S_{II}$  از دو طریق ریخته‌گری دوغابی (نمونه ۳)

خام بالاتر) و با تف‌جوشی معمولی نتایجی مشابه آنچه برای تف‌جوشی تحت بار داریم را به دست می‌آوریم. لازم به ذکر است که برای نمونه‌های ریخته‌گری دوغابی تجمعی از حفره‌ها به شکل حبابهای در یک لایه نازک زیر سطح داریم [1] به همین علت یک ضخامت بیشتری از نمونه باید مورد ماشینکاری قرار گیرد به طوری که تا یک ضخامت مشخص استحکام تابع ضخامت ماشینکاری می‌باشد.

تافنس شکست:  $9\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

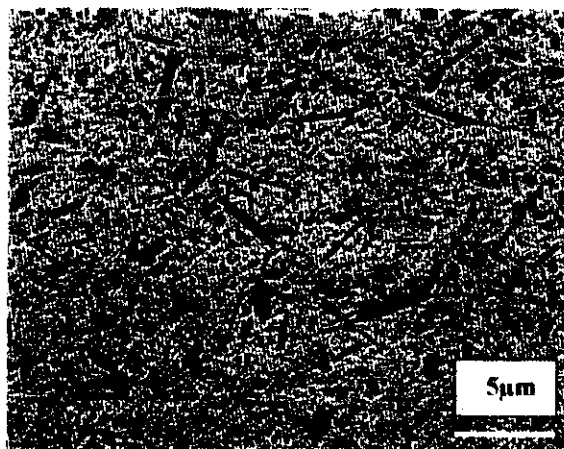
نتایج اندازه‌گیریهای پارامترهای ریزساختاری نشان می‌دهد که برای نمونه ۳ نسبت کشیدگی متوسط دانه‌ها بالاتر است که می‌توان به ضخامت کم‌تر دانه‌ها (رشد کمتر) مربوط نمود. می‌توان گفت که برای پودرهای نسبتاً درشت و اما هموزن از نظر توزیع اندازه ذرات نسبت به پودرهای ریز نتایج بهتری در ریخته‌گری دوغابی حاصل شده (دانسیته



$$\bar{a} = 9, \bar{L} = 5,22, \bar{d} = 0,61$$

$$\bar{a} = 5, \bar{L} = 2,8, \bar{d} = 0,56$$

۶



$$\bar{a} = 15, \bar{L} = 3,35, \bar{d} = 0,22$$

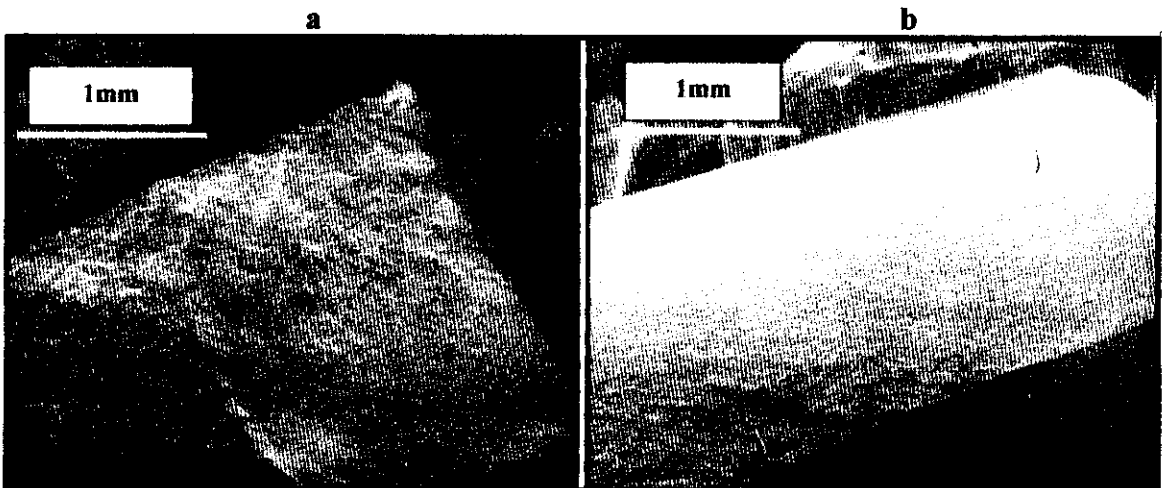
شکل ۷ تصاویر میکروسکوپی الکترونی (SEM) از نمونه‌های تهیه شده در شرایط مختلف مطابق جدول ۲

سرامیکهای مهندسی چون نیتروسیلیسیم با تفجوشی بدون بار اما تحت اتمسفر یک گاز خنثی چون نیتروژن با فشارهای تا ۱۰ atm (اتوکلاو) دنبال شود می توان دانسیته و خواص مکانیکی نزدیک به نمونه های تهیه شده توسط تفجوشی تحت بار در دما و زمان پخت مشابه حاصل نمود. در این مطالعه از بستر پودر با ترکیب مشابه نمونه ها بعنوان پوشش و از فشار یک اتمسفر گاز ازت جهت جلوگیری از تجزیه و اکسیداسیون نمونه های ریخته گری دوغابی نیتروسیلیسیم در ضمن تفجوشی در دماهای نسبتاً بالا (۱۸۵۰°C) استفاده شد که به طور قابل توجهی موفقیت آمیز بود. از آنجایی که این تکنیک (ریخته گری دوغابی + تفجوشی معمولی) هزینه قابل توجهی کمتر رادر برداشته و در ضمن ساخت قطعات با اشکال پیچیده را ممکن می سازد بنابراین در مقیاس صنعتی این روش در مقایسه با روش تفجوشی تحت بار خیلی اقتصادی تر بوده و در مقایسه با روش سنتی (شکل دادن اولیه با پرس سرد + تفجوشی معمولی تحت اتمسفر هوا) دانسیته و خواص مکانیکی به طور قابل توجهی بالاتر را ارائه می دهد چراکه عیوب کمتری بواسطه این روش در بدنه های سرامیکی وارد می شود.

در مجموع نمونه های ریخته گری دوغابی پراکندگی کمتری در اندازه گیری استحکام شکست از خود نشان می دهند. نمونه ۳ را مورد عملیات تکمیلی پرس ایزواستاتیکی گرم در دمای ۱۷۰۰°C بمدت یک ساعت تحت فشار ۵۰۰ bar گاز ازت قرار دادیم. تحت تاثیر این عملیات استحکام شکست از ۷۱۴MPa به ۸۰۰MPa در حالیکه تافنس شکست از ۹،۴ به ۶MPa $\sqrt{m}$  می رسد. این دگرگونی در خواص بواسطه کاهش اندازه ترک بحرانی از ۳۴ به ۱۱ $\mu m$  بواسطه کاهش اندازه دانه می باشد که نتیجه آن ظهور یک شکست ترد در نمونه می باشد. مقطع شکست ناصاف و زیر نمونه قبل و مقطع شکست صاف نمونه بعد از عملیات تکمیلی موبد این مطلب می باشد (شکل ۸ الف و ب). می توان نتیجه گرفت که به دنبال عملیات تکمیلی هر چند استحکام شکست افزایش می یابد اما تافنس شکست کاهش می یابد که به دلیل ظهور یک میکرو ساختار ریزدانه و کاهش نسبت کشیدگی دانه های سوزنی از عملیات تکمیلی (HIP) می باشد.

### نتیجه گیری کلی

اگر روش ریخته گری دوغابی برای شکل دادن



شکل ۸ مقایسه حالت سطح برای نمونه های تهیه شده؛ الف) قبل و ب) بعد از عملیات پست تفجوشی

1. A. Bellosi, C. Galassi, E. Roncari, D. Fabbriche and C. Capiani, "Various forming methods in the production of  $\text{Si}_3\text{N}_4$ - base materials - science of ceramics", Vol. 14, pp. 151-56, (1987).
2. J. P. Torre and Y. Bigay, "Fabrication of silicon nitride parts by slip casting - the ceramic engineerign and science proceeding", Vol. 7, No. 7-8, pp. 890-897, (1986).
3. F. Lang, M. Colic, G. Frank and M. Fisher, "Plastic forming of silicon nitride powder via colloidal processing", Materials Department, University of California, (1998).
4. W. J. A. M. Hartmann, and F. K. Van Dijen, "Slip casting parameters for commercial  $\text{Si}_3\text{N}_4$  powders" *Journal de physiaue*, Vol. 47, No. 2-8, pp. C1-79, (1989).
5. E. M. Rabinovich and SH. Leitner, "Slip casting of silicon nitride for pressureless sintering", *J. of materials science*, Vol. 17, pp. 323-328, (1982).
6. Mo. Liu Dean, and Fu Chen-Tsu, "Effect of rheological behavior on properties of cast and sintered silicon carbide", *Ceramic International*, Vol. 22, pp. 101-106, (1996).
7. M. Hashiba, H. Okamoto, Y. Nurishi and K. Hiramatsu, "The zeta-potential measurement for concentrated aqueous suspension by improved electrophoresis masse transport apparatus-application to  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  and  $\text{SiC}$  suspension", *J. Mater. Sci.*, Vol. 23, pp. 2893-96, (1988).
8. P. A. Smith and H. Kerch, "Microstructural characterization of alumina and silicon carbide slip - cast cakes", *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 79, No. 10, pp. 2525-26, (1996).
9. H. Takahashi, N. Shinohara, and K. Uematsu, "Influence of spray - dry slurry flocculation on the structure of sintered silicon nitride", *J. of the Ceramic Society of Japan Int, Soc.*, Vol. 104, pp. 60-61, (1995)
10. L. C. Zarnon, R. A. L. Drew, "Dispersion methods of yttria in silicon nitride by comminution", *J. American Ceram. Soc.*, Vol. 72, No. 3, pp. 495-98, (1989).
11. A. Michael & S. Wei-Hengs, "Improved aqueous dispersion of silicon nitride with aminosilanes", *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 79, No. 11, pp. 2940-46.
12. G. Ziegler & G. Wotting, "Relationship between processing, microstructure and properties of dense and reaction-bonded silicon nitride", *J. of Materials Science*, Vol. 22, pp. 3041-3086, (1986).
13. T. Lagarde., J. Pelletier & Y. Arnal, "Parametric study of the etching of  $\text{SiO}_2$  in  $\text{SF}_6$  plasmas: Modeling of the etching kinetics and validation", *J. Vac. Technol.*, B17(1), pp. 1-9, (1999).