

بررسی اثر افزودنی اکسیدی بر پایه آلومینات کلسیم بر سینتر پذیری و خواص بدنه‌های کاربید سیلیسیم

مهران غفاری^۱، اسماعیل صلاحی^۱، فرهاد گلستانی فرد^۲

^۱ پژوهشگاه مواد و انرژی، ^۲ دانشگاه علم و صنعت ایران

Esmail.salahi@outlook.com

چکیده: بدنه‌های متراکم کاربیدسیلیسیم به کمک فاز مایع حاصل از $Al_2O_3-Y_2O_3$ در دماهای بالاتر از ۱۸۰۰ درجه سانتی‌گراد تهیه می‌شوند. در میان سیستم‌های گوناگونی که برای پدید آمدن حالت تراکم بدنه‌های کاربیدسیلیسیم مورد استفاده قرار گرفته‌اند، اکسیدهای عناصر قلیایی خاکی و آلومینا مورد توجه بوده است. مذاب کلسیم آلومیناتی به خوبی سطح ذرات کاربیدسیلیسیم را تر کرده و حالت تراکم پدید می‌آورد. در این پژوهش با استفاده از اکسید کلسیم (درصدهای کمتر از ۷ درصد) به همراه آلومینا و در دمای ۱۶۸۰ درجه سانتی‌گراد، بدنه متراکم کاربیدسیلیسیم تهیه و بررسی شد. نتایج نشان می‌دهند که در محیط نیتريدی می‌توان از این سیستم برای سینتر کاربیدسیلیسیم بهره گرفت. شواهد نشان می‌دهند که فازهای نیتريدی در برخی نمونه‌ها تشکیل شده و تغییرات زیادی در ترکیب فازها دیده می‌شود. در این کار پژوهشی، بدنه کاربیدسیلیسیم با استحکام بالاتر از ۴۳۰ مگاپاسکال و تخلخل صفر تهیه شد.

کلید واژه: کاربیدسیلیسیم، سینتر شدن، فاز مایع، بدنه متراکم.

۱- مقدمه

سرامیک‌های با پیوند کووالانت مانند کاربیدسیلیسیم (SiC) و نیتريد سیلیسیم (Si_3N_4) امروزه به‌عنوان نامزدهای بالقوه برای کاربردهای سازه‌ای دما بالا در قطعات موتورهای پیشرفته (به‌عنوان مثال موتورهای توربین گازی و دیزلی)، مبدل‌های حرارتی و قطعات مقاوم در برابر اصطکاک و سایش شناخته شده‌اند. این مواد به دلیل ویژگی‌های فوق‌العاده مکانیکی (استحکام و سختی)، شیمیایی (مقاومت در برابر اکسید شدن و خوردگی) و پایداری حرارتی در دماهای بالا می‌توانند به جای ابرآلیاژها استفاده شوند [۱-۲]. با این حال، کاربرد آن‌ها به دلیل پیچیدگی‌های تولید قطعات با استحکام و چقرمگی بالا، محدود است. از آن‌جا که سرامیک‌ها نسبت به عیوب پدید آمده در مراحل گوناگون فرایند ساخت بسیار حساسند [۳]، لازم است قطعاتی با عیوب هرچه کمتر به‌منظور پدید آمدن بهترین ویژگی‌ها تهیه شود [۴-۵]. به دلیل نیاز صنعت به موادی که در شرایط سخت تری قابل بکارگیری باشند پژوهش‌های زیادی برای دستیابی به سیلیکون کاربید متراکم انجام شده. ساخت بدنه سیلیکون کاربید متراکم به دلیل باندهای کووالانت قوی آن بسیار مشکل است [۶]. یکی از بهترین روش‌ها برای تهیه بدنه سیلیکون کاربید متراکم استفاده از سینتر کردن در حضور فاز مایع است [۷] و در مورد مکانیزم این فرایند آگاهی خوبی وجود دارد [۸]. یکی از مرسوم‌ترین سیستم‌ها برای سینتر کردن سیلیکون کاربید در حضور فاز مایع سیستم اکسیدی $Al_2O_3-Y_2O_3$ است [۹-۱۲]. پژوهش‌های زیادی در مورد تاثیر مواد اولیه [۱۳-۱۵] اتمسفر پخت [۱۶-۱۹] و ریزساختار پدید آمده [۲۰-۲۳] انجام شده. در این سیستم استحکام‌های بالایی تا حد ۸۰۰ مگاپاسکال نیز گزارش شده [۱۷].

برای دستیابی به بدنه سیلیکون کاربید متراکم سیستم‌های گوناگونی توصیه شده که در اغلب آنها فرایند سینتر کردن در دماهای بالاتر از ۱۸۰۰ درجه سانتیگراد در اتمسفر نیتروژن یا آرگن انجام می‌شود. علاوه بر این از اکسیدهای دیگری چون سیلیسیم [۲۴] باریم [۲۵]، منیزیم [۲۶ و ۲۷] و کلسیم [۱۰، ۳۰-۲۸] در کنار آلومینا نیز به خوبی استفاده شده و در مورد کلسیم مشاهده شده که مذاب ایجاد شده در هنگام پخت به خوبی سطح سیلیکون کاربید را تر کرده و بنابراین می‌تواند انتخاب مناسبی برای سینتر کردن در حضور فاز مایع سیلیکون کاربید باشد. Je-Hun و همکارانش به صراحت به تاثیر شدید اکسید کلسیم بر تبلور فازهای بلورین در فازهای بین دانه‌ای اشاره می‌کنند [۳۰]. مشاهدات [۲۹Fuentes] در مورد بدنه کاربید سیلیسیم که با کمک اکسید کلسیم به همراه آلومینا در دماهای بالای ۱۷۵۰ درجه سانتی‌گراد و در محدوده وسیعی از ترکیب که در آنها درصد فاز بین دانه‌ای زیر ۱۰ درصد وزنی بوده و در نسبت‌های گوناگونی از نسبت کلسیا به آلومینا انجام شده بیانگر این حقیقت است که هرگاه درصد کلسیا در فاز بین دانه‌ای کمتر از ۴٪ وزنی باشد در دماهای بالاتر از ۱۸۵۰ درجه سانتی‌گراد رسیدن به تراکم بستگی زیادی به بستری دارد که نمونه‌ها در هنگام پخت در آن قرار داده شده بودند. از اکسید کلسیم برای سینتر کردن کامپوزیت‌های کامپوزیت‌های سیلیکون کاربید-آلومینیم نیتريد استفاده شده و اشاره شده که این کامپوزیت را می‌توان در دماهای بالاتر از ۱۹۰۰ درجه سانتی‌گراد با کمک افزودنی‌های ایتربا، آلومینا یا CaO به تراکم رساند و دیده شده که از میان این سه، ایتربا بهتر عمل می‌کند [۲۸].

در این پژوهش از مذابی در سیستم آلومینا-کلسیا برای تهیه بدنه سیلیکون کاربید متراکم استفاده شده و خواص سرامیک ساخته شده مورد بررسی قرار گرفته. انتظار می‌رود با پخت در محیط نیتروژن از اکسید شدن کاربید سیلیسیم جلوگیری شده و مذاب پدید آمده از ذوب افزودنی‌ها به تخلخل‌ها نفوذ کرده و بدنه متراکمی پدید آورد. علاوه بر این انتظار می‌رود مذاب آلومینات کلسیم با لایه سیلیسی سطح ذرات کاربید سیلیسیم واکنش کرده و فازهایی چون ژلنیت را پدید آورد. با توجه به اینکه در سیستم $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$ می‌توان مذاب حاصل از ترکیب‌های یوتکتیک را با تغییر ترکیب آن به فاز جامدی با نقطه ذوب بالا تبدیل کرد [۳۱] در این پژوهش سعی می‌شود تا با تغییر ترکیب مذاب آلومینات کلسیم فازهای جامدی چون CA و CA_2 پدید آورد که دمای ذوب بالایی دارند. علاوه بر این، این بررسی برای پاسخ به این پرسش انجام شد که چند درصد فاز بین‌دانه‌ای کلسیم آلومینات برای رسیدن به حالت تراکم کامل نیاز است.

۲- فعالیت‌های تجربی

در این کار از دو نوع کاربیدسیلیسیم آلفا با دانه‌بندی گوناگون استفاده شد که کاربید سیلیسیم با شناسه A با متوسط اندازه ذرات ۰/۴۵ میکرومتر و کاربید سیلیسیم با شناسه B با متوسط اندازه ذره ۵ میکرومتر که هر دو با خلوص بیش از ۹۸/۵ درصد (Anyang Teifa Metallurgy Co. Ltd) هستند. برای تامین اکسید کلسیم از کربنات کلسیم (MERCK, 1.02066, Germany) با خلوص بیش از ۹۹ درصد و برای تامین آلومینا از محصول (PFR 20, Pechiney, France) با میانگین اندازه ذرات ۲ میکرومتر و خلوص ۹۹/۵ درصد استفاده شد. ابتدا کربنات کلسیم و آلومینا با نسبت‌های مولی $\text{CaO/Al}_2\text{O}_3=12/7$ (ترکیب وزنی ۵۱/۳٪ آلومینا و ۴۸/۷٪ کلسیا) در بوته آلومینایی به مدت یک ساعت در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد به طور کامل ذوب شده و فریت کلسیم آلومیناتی حاصل، پس از سرد شدن، از بوته جدا و آسیاب شد. از این ترکیب می‌توان برای تغییر ترکیب فاز بین دانه‌ای به گونه‌ای بهره گرفت که فازهای بین دانه‌ای نقطه ذوب بیشتری از دمای سینتر کردن داشته باشند [۳۱]. از این

فریت با دانه‌بندی زیر ۵۰ میکرومتر به‌عنوان فاز بین‌دانه‌ای استفاده شد و نمونه‌هایی با ترکیب‌هایی که در جدول ۱ دیده می‌شود توسط پرس تک محور و با فشار ۵۰ بار و ابعاد ۲۰×۵×۵ میلی‌متر تهیه شدند. نمونه‌ها در دمای ۱۶۸۰ درجه سانتی‌گراد در محیط نیتروژن ۹۹/۹۹ به مدت یک ساعت و با سرعت گرمایش ۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه حرارت دیدند.

جدول ۱- ترکیب نمونه‌های سیلیسیم کاربید با افزودنی کلسیم آلومینات

شناسه نمونه	درصد کاربید سیلیسیم شناسه A	درصد کاربید سیلیسیم شناسه B	درصد آلومینا	درصد فریت
10-0.5	۹۰			۱۰
20-0.5	۸۰			۲۰
30-0.5	۷۰			۳۰
10-5		۹۰		۱۰
20-5		۸۰		۲۰
30-5		۷۰		۳۰
10-10-0.5	۸۰		۱۰	۱۰
10-10-5		۸۰	۱۰	۱۰

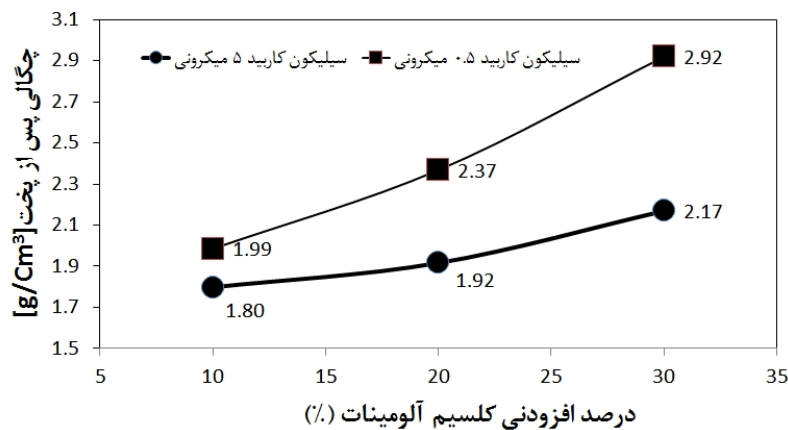
همانطور که در جدول دیده می‌شود سه نمونه اول به ترتیب دارای ۱۰، ۲۰ و ۳۰ درصد فریت در کاربید سیلیسیم ریزدانه (۵/۰ میکرونی شناسه A) بوده و در سه نمونه دوم همین درصدها فریت در کریبید سیلیسیم درشت (۵ میکرونی شناسه B) وجود دارد. در مرحله بعد، قرار بود در نمونه 10-10-0.5 که در مجموع ۲۰٪ فاز بین‌دانه‌ای دارد پس از رسیدن به حالت تراکم، فرایند انحلال آلومینا در فاز مذاب آغاز شده و با تغییر در ترکیب فاز مذاب به بدنه‌ای متراکم با فاز بین‌دانه‌ای کلسیم آلومیناتی تبدیل شود که دارای فازهای CA و CA2 است.

برای اندازه‌گیری درصد حجمی تخلخل و چگالی حجمی نمونه‌ها پس از پخت، از روش ارشمیدس با استاندارد BS1902 استفاده شد. بررسی فازی از دستگاه پراش سنج پرتو ایکس، ساخت شرکت Philips مدل PW3710، تحت ولتاژ KV30 و جریان mA25 استفاده شد. در همه مراحل از پرتو CuK_{α} با طول موج ۱/۵۴۰۴ نانومتر استفاده شد. زمان اقامت در هر گام ۱ ثانیه، اندازه گام ۰/۰۲ درجه و محدوده ۸۰-۱۰ درجه انتخاب و نتایج با استفاده از کارت‌های استاندارد JCPDS و نرم‌افزار X'pert شناسایی شدند. برای بررسی ریزساختاری نمونه‌های سینتر شده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (Philips XL30) بهره گرفته شد. برای تعیین استحکام خمشی نمونه‌ها از روش سه نقطه‌ای با فاصله پایه‌ها برابر ۲۰ میلی‌متر و سرعت بارگذاری ۱ میلی‌متر در دقیقه استفاده شد و استحکام ۵ نمونه اندازه‌گیری و متوسط آن گزارش شد.

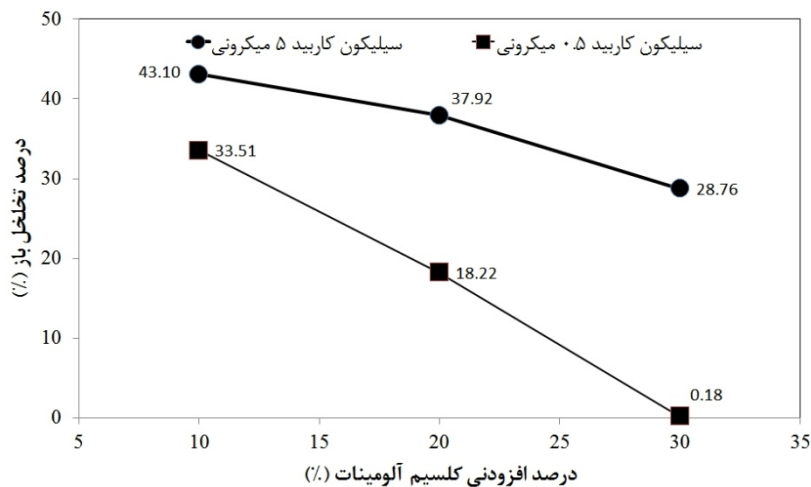
۳- بحث و نتایج

شکل‌های ۴-۱ ویژگی‌های فیزیکی و مکانیکی اندازه‌گیری شده بدنه‌های کاربید سیلیسیم با افزودنی آلومینا و کلسیا را نشان می‌دهند. همانطور که در این شکل‌ها دیده می‌شود، فرایند سینتر کردن در نمونه‌هایی که در آن‌ها از کاربید سیلیسیم ریزدانه

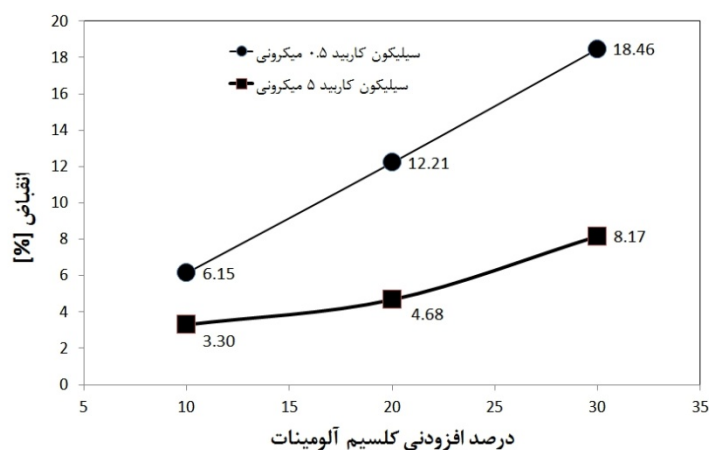
استفاده شده است، پیشرفت بیشتری داشته و این موضوع به شکل تخلخل کمتر، چگالی بیشتر و انقباض بیشتر دیده می‌شود. هرچند هریک از کاربید سیلیسیم‌ها دارای توزیع اندازه ذرات ویژه‌ای هستند اما در ظاهر این توزیع برای پدید آمدن چگالی خام بیشتر بهینه نیستند چرا که در نمونه‌هایی که متخلخل باقی مانده‌اند مقدار تخلخل قابل توجه است. در مورد نمونه‌هایی که با کاربید سیلیسیم ۵ میکرومتری (شناسه B) ساخته شده‌اند این نکته قابل توجه است که حتی با ۳۰٪ ماده افزودنی، این بدنه به حالت تراکم کامل نرسیده و این در حالیست که در بیشتر موارد، برای سینتر در حالت مایع، این مقدار افزودنی عددی است که به خوبی برای رسیدن به حالت تراکم کفایت. علت را می‌توان در مقدار تخلخل خام بیشتر جستجو کرد و این موضوع که توزیع اندازه ذرات این کاربید سیلیسیم برای رسیدن به حالت تراکم، بهینه نیست. چگالی نمونه 0.5-30 به ۲/۹۲ گرم بر سانتی‌متر مکعب می‌رسد و با توجه به وجود ۷۰ درصد کاربید سیلیسیم با چگالی ۳/۲ گرم بر سانتی‌متر مکعب و حالت تراکم کامل، به نظر می‌رسد که بر اساس محاسبه چگالی فاز بین دانه‌ای باید کم و در حدود ۲/۴ گرم بر سانتی‌متر مکعب باشد. این موضوع پس از بررسی فازی نمونه‌ها، بیشتر مورد بررسی قرار خواهد گرفت. شکل ۴ استحکام نمونه‌ها را نشان می‌دهد. پراکندگی ارقام نمونه‌های 5-30 زیاد بوده که به دلیل لایه‌ای شدن در هنگام شکل دادن نمونه بوده و بنابراین گزارش نشده‌اند.



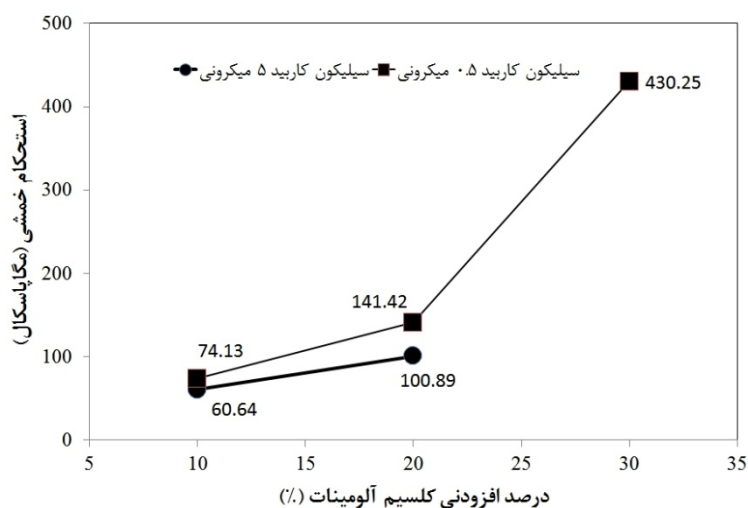
شکل ۱- تغییر چگالی بالک نمونه‌های کاربید سیلیسیم با توزیع دانه‌بندی ۵ و ۰/۵ میکرومتری با درصد ماده افزودنی



شکل ۲- تغییر تخلخل باز نمونه‌ها با درصد ماده افزودنی

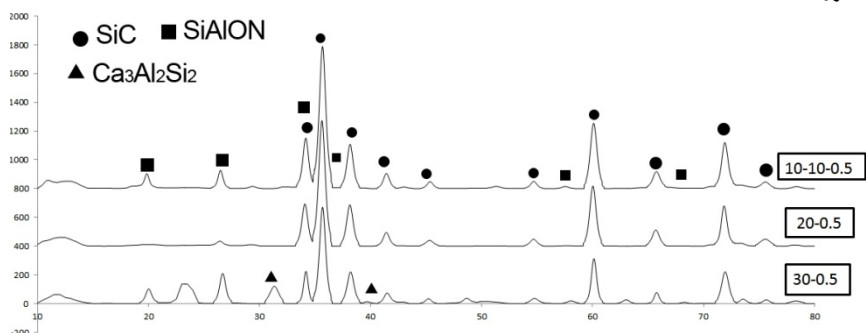


شکل ۳- تغییر انقباض نمونه‌ها با درصد ماده افزودنی



شکل ۴- تغییر استحکام خمشی نمونه‌ها با درصد ماده افزودنی

شکل ۵ الگوی پراش پرتو ایکس سه نمونه 10-10-0.5، 20-0.5 و 30-0.5 را مقایسه می‌کند. پیش از هر نکته باید اشاره کرد که اساس انتخاب این ترکیب‌ها، آن بوده که گمان می‌رفت فاز کلسیم آلومینات که تر کنندگی خوبی برای ذرات کاربید سیلیسیم را از خود نشان داده بود [29]، در محیط نیتريدی که دیگر خطر اکسید شدن فعال برای ذرات کاربید سیلیسیم وجود ندارد، بتواند بدنه‌ای متراکم پدید آورد.



شکل ۵- الگوی پراش پرتو ایکس تعدادی از نمونه‌ها با افزودنی کلسیا و آلومینا

جدول ۲- مقادیر نیمه کمی فازهای موجود در برخی از نمونه‌های دارای افزودنی کلسیوآلومینا

شناسه نمونه	درصد SiC	درصد سیالون	درصد فاز $Ca_3Al_2Si_2$
10-10-0.5	۸۷	۱۳	
20-0.5	۸۹	۱۱	
30-0.5	۷۴	۱۵	۱۲

در الگوی پراش پرتو ایکس نمونه 20-0.5 فاز دیگری جز کاربید سیلیسیم دیده نمی‌شود. این بدان معناست که درصد فازهای غیر از کاربیدسیلیسیم موجود در نمونه، کمتر از مقدار لازم برای آشکار شدن هستند اما بررسی نرم‌افزاری الگوی پراش این نمونه، وجود سیالون را نیز پیش‌بینی می‌کند. جدول ۲ مقادیر نیمه کمی آنالیز فازی است که نرم افزار Xpert در اختیار قرار می‌دهد. با توجه به ارقام یاد شده در جدول ۲ به نظر می‌رسد که واکنش‌هایی که منجر به تولید محصولات گازی شده‌اند محتمل است زیرا که درصد کاربیدسیلیسیم بیش از مقدار اولیه در نمونه است و این تنها در صورتی می‌تواند رخ دهد که مقدار فاز بین‌دانه‌ای کم شده باشد. دلیل دیگر بر وجود این واکنش‌های احتمالی، آشکار نشدن فازی دارای کلسیم در دو نمونه 10-10-0.5 و 20-0.5 است.

علاوه بر اینها همانطور که دیده می‌شود نمونه 30-0.5 دارای فازهای $Ca_3Al_2Si_2$ (کلسیم آلومینیم سیلیکون) و سیالون با چگالی‌های به ترتیب ۲/۲۹ [۳۲] و ۲/۸ گرم بر سانتیمتر مکعب است. هر چند مقادیر نیمه کمی گزارش شده توسط نرم افزار را نمی‌توان مقادیر دقیقی در نظر گرفت اما در اینحال نیز چگالی این نمونه ۳/۰۶ گرم بر سانتیمتر مکعب محاسبه می‌شود که با مقدار چگالی اندازه‌گیری شده برای این نمونه (شکل ۱) تطابق خوبی دارد. همین محاسبه را می‌توان برای نمونه 20-0.5 نیز انجام داد و در این صورت با در نظر گرفتن تخلخل چگالی نمونه ۲/۲۷ گرم بر سانتیمتر مکعب محاسبه می‌شود که با مقدار اندازه‌گیری شده برای این نمونه که ۲/۳۷ گرم بر سانتیمتر مکعب است تطابق خوبی دارد.

جدول ۳ مقایسه آنالیز وزنی عنصری محاسباتی از نمونه 30-0.5 را پیش و پس از سینتر کردن نشان می‌دهد که با استفاده از آنالیز نیمه کمی جدول ۲ محاسبه شده‌اند. بررسی میزان تغییر عناصر نشان می‌دهند در حالی که مقدار عناصر کربن و سیلیسیم افزایش دارد، عناصر آلومینیم، کلسیم و اکسیژن، مقدار کاهشی را نشان می‌دهند. طبیعی است افزایش این دو به دلیل کاهش عناصر آلومینیم، کلسیم و اکسیژن است. در حقیقت هرگاه به میزان تغییر سیلیسیم و کربن بیشتر دقت شود، به نظر می‌رسد که حتی مقدار کربن نیز به تناسب سیلیسیم افزایش ندارد و این خود به معنی آنست که مقداری کربن نیز از نمونه خارج شده باشد. خروج کلسیم از نمونه به شکل ترکیبات گازی قبلا نیز گزارش شده بود [۲۹]. به نظر می‌رسد که اکسیژن بیشتر به شکل Al_2O_3 و احتمالاً CO_2 از محیط خارج شده باشد. بیشتر دیده شده بود که هنگام پخت کاربید سیلیسیم به همراه آلومینا در اتمسفر نیتريدی واکنش‌هایی با محصولات گازی Al_2O_3 و SiO رخ می‌دهند که در دماهای بالاتر از ۱۹۰۰ درجه سانتیگراد بسیار موثر خواهند بود [۳۳]. نیز گزارش شده بود که وجود تنها ۳/۵ درصد CaO مقدار کاهش وزن نمونه‌های کاربید سیلیسیم با آلومینا را از ۰/۹٪ به ۰/۷٪ افزایش داده است [۲۵]. واکنش‌هایی چون واکنش ۱ که عامل کاهش وزن نمونه‌ها هست نیز اثبات شده‌اند [۱۵].



جدول ۳- مقایسه درصد محاسباتی عناصر نمونه 30-0.5 پیش و پس از سینتر کردن

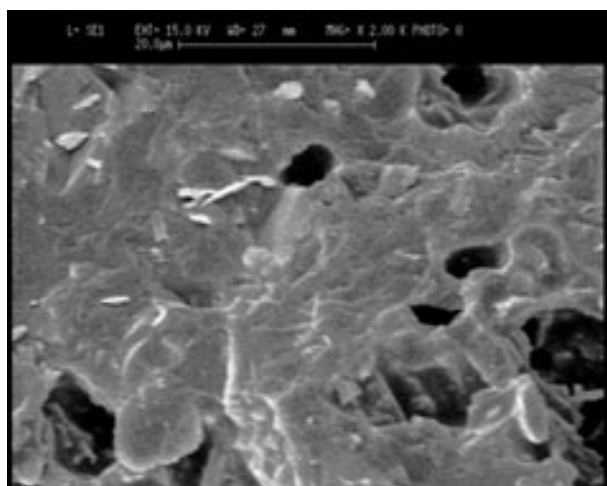
N	O	Ca	Al	C	Si	
-	۱۱/۴	۱۰/۳	۸/۳	۲۱	۴۹	پیش از سینتر کردن
۲/۷	۲/۶	۶/۵	۷/۳	۲۲/۲	۵۹/۷	پس از سینتر کردن
+۲/۷	-۸/۸	-۳/۸	-۱	+۱/۲	+۱۰/۷	میزان تغییر

جدول ۴ ویژگی‌های نمونه‌هایی را نشان می‌دهد که می‌بایست در هنگام سینتر کردن دچار تغییر در ترکیب فاز مایع شده باشند. همانطور که از مقایسه ویژگی‌های این دو نمونه دیده می‌شود، استفاده از ذرات کاربرد سیلیسیم ریزدانه‌تر موجب دستیابی به تراکم و استحکام بیشتر شده و انقباض بیشتری را از خود نشان می‌دهد. به عبارت دیگر همانطور که انتظار می‌رود فرایند سینتر شدن، بیشتر پیشرفت کرده است. از سوی دیگر، فرایند خروج محصولات گازی در نمونه 10-10-0.5 به گونه‌ای بوده که از یک سو با کاهش مقدار کلسیم در نمونه، دستیابی به حالت تراکم مشکل شده و از سوی دیگر مقدار فازهای کلسیم‌دار باقی‌مانده کمتر از مقداری است که با روش پراش پرتو ایکس آشکار شوند. هرچند خیلی نمی‌توان به گزارش نیمه کمی نرم‌افزار اعتماد کرد اما در هر حال این که درصد سیالون در نمونه 10-10-0.5 بیشتر از نمونه 20-0.5 گزارش شده را می‌توان به درصد بیشتر Al_2O_3 در این نمونه نسبت داد. شکل‌های ۸-۶ ریزساختار نمونه‌های ساخته شده با افزودنی آلومینا و کلسیا را در درصدهای گوناگون نشان می‌دهد. وجود تخلخل‌های بزرگ در شکل ۶ می‌تواند به دلیل درشت بودن ذرات کاربرد سیلیسیم شناسه A که در این نمونه استفاده شده و همچنین درشتی ذرات فریت آلومینات کلسیم باشد. ظاهراً درشت بودن فضای خالی بین ذرات باعث کم شدن قوه محرکه سینتر شدن در حضور فاز مایع باشد. علاوه بر این، این شکل می‌تواند استحکام کم این نمونه را نیز توضیح دهد. در ریزساختار متراکم نمونه 30-0.5 که در شکل ۷ دیده می‌شود نشانه‌هایی از تغییر شکل پلاستیک به شکل برآمدگی‌هایی در سطح شکست دیده می‌شود که در تطابق با استحکام بالای این نمونه است. از سوی دیگر در شکل ۸ ریزساختار این نمونه با بزرگنمایی بیشتری دیده می‌شود و ذرات نیم میکرونی کاربرد سیلیسیم در یک ساختار متراکم دیده می‌شوند. وجود کانال‌های درشت در نمونه‌های دارای کلسیا قبلاً نیز دیده شده بود [۲۹].

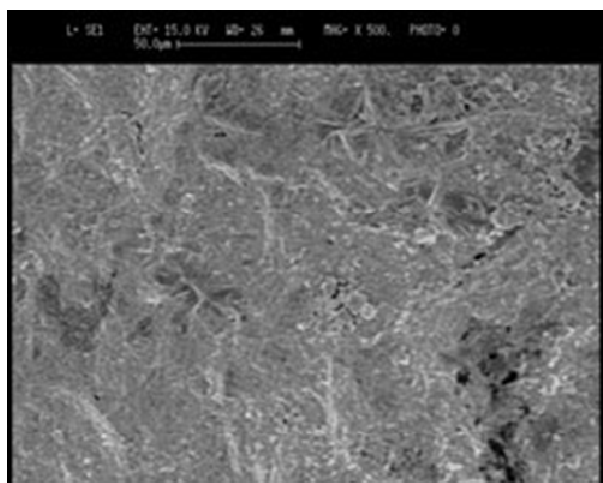
جدول ۴- ویژگی‌های پس از سینتر کردن نمونه‌های 10-10-0.5 و 10-10-5

در دمای ۱۶۸۰ درجه سانتیگراد در اتمسفر نیتروژنی

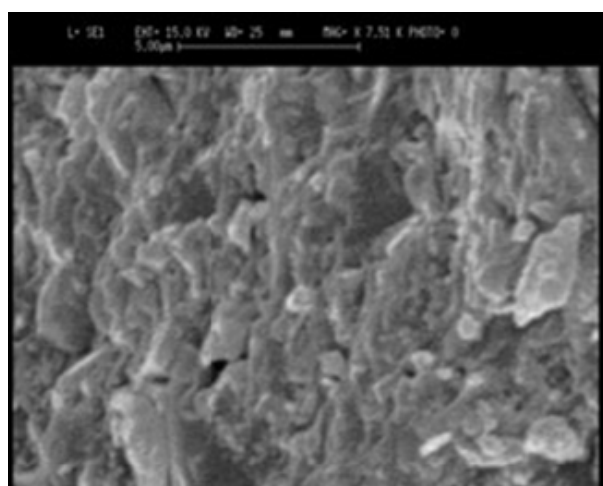
شناسه نمونه	انقباض [%]	چگالی [g/cm^3]	تخلخل پس از سینتر [%]	استحکام [MPa]
10-10-5	۲/۹	۱/۹	۳۹	۸۱/۸
10-10-0.5	۷/۸	۲/۱۶	۲۷/۶	۸۸/۵



شکل ۶- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ریزساختار نمونه 5-30 و کانال‌های پر نشده درون ریز ساختار



شکل ۷- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی سطح شکست نمونه 0.5-30



شکل ۸- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی ریزساختار نمونه 0.5-30 که تراکم کامل و تر شدن ذرات کاربیدسیلیسیم را نشان می‌دهد

۴- نتیجه گیری

از مقایسه این شکل‌ها چنین برمی‌آید که فاز مذاب ایجاد شده، سطح ذرات کاربیدسیلیسیم را به خوبی تر کرده و به درون تخلخل‌ها نفوذ کرده است. با توجه به آنچه که در بحث فازی این نمونه‌ها انجام و دیده شد که در هنگام سینتر کردن، محصولات گازی پدید می‌آیند که باعث تغییر ترکیب فاز بین‌دانه‌ای می‌شود، به نظر می‌رسد با سینتر کردن در بستری که از CaO غنی باشد بتوان از خروج گازها جلوگیری کرده و به این ترتیب با استفاده از درصد‌های کمتر فاز بین‌دانه‌ای به حالت تراکم کامل رسیده و احتمالاً به بدنه سرامیکی با استحکام بالاتر از نمونه 0.5-30 نیز دست یافت. بجز میزان تخلخل تفاوت چشمگیر دیگری در نمونه‌ها دیده نمی‌شود و این با توجه به مطلب اخیر بسیار امیدوار کننده است. علاوه بر این به نظر می‌رسد با انتخاب دقیق‌تر دانه‌بندی کاربید سیلیسیم بتوان با درصد‌های کمتر فاز بین دانه‌ای به تراکم دست یافت.

مراجع

- [1] R. N. Katz, Opportunities and prospects for the application of structural ceramics, in: J. B. Wachtman, Jr. (Ed.), Structural Ceramics, Treatise on Materials Science and Technology, Vol. 29, Academic Press, Inc., New York, (1989), pp. 1-26.
- [2] K. Komeya, M. Matsui, High temperature engineering ceramics, in: M. V. Swain (Ed.), Materials Science and Technology, A Comprehensive Treatment, Vol. 11, Structure and properties of Ceramics, VCH Publishers Inc., New York, NY (USA), 1994, pp. 517-565.
- [3] J. P. Singh, Effect of flaws on the fracture behavior of structural ceramics: a review, Adv. Ceram. Mater. 3 (1988) 18-27.
- [4] N. M. Alford, J. D. Birchall, K. Kendall, Overview, Engineering ceramics-the process problem, Mat. Sci. and Tech. 2 (1986) 329-336.
- [5] F. F. Lange, Processing-Related fracture origins: I. Observation in sintered and isostatically hot-pressed Al₂O₃ ZrO₂ Composites, J. Am. Ceram. Soc. 66 (1983) 396-398.
- [6] Hidehiko Tanaka, Sintering of silicon carbide, in silicon carbide ceramics-1 fundamental and solid reaction, (1991), Elsevier
- [7] R. M. German, Liquid phase sintering, , Plenum press, (1985)
- [8] W. D. Kingery, H. K. Bowen and D.R Uhlmann, Introduction to ceramics, , John Wiley, (1976)
- [9] R. Neher a, M. Herrmann a, K. Brandt a, K. Jaenicke-Roessler a, Z. Panb, O. Fabrichnaya b, H. J. Seifert "Liquid phase formation in the system SiC, Al₂O₃, Y₂O₃", JECS, 31, (2011), 175-181
- [10] K. Biswas, Liquid Phase Sintering of SiC Ceramics, Materials Science Forum Vol. 624 (2009) pp 91-108
- [11] S. P. Lee a, M. H. Lee a, J. K. Lee a, A. Kohyama b, J. H. Lee, High temperature characterization of LPS-SiC based materials with oxide additives, Journal of Nuclear Materials 386-388 (2009) 483-486
- [12] R. Riedel & I-Wei Chen , ceramic science and technology, Vol 2 materials and Properties, John Wiley, 888p
- [13] Y. W. Kim, Y. Lee, M. Mimoto, sinterability of nano sized silicon carbide, journal of the ceramic society of Japan, 114, 8 (2006), 681-685
- [14] Mulla, M. A., & Krstic, V. D, Low temperature pressureless sintering of beta silicon carbide with aluminum oxide and yttrium oxide additions, American Ceramic Society Bulletin, 70. (1994), 439-443
- [15] Mulla, M. A., & Krstic, Pressureless sintering of beta silicon carbide with Al₂O₃ addition, journal of materials science, 29, (1994), 934-938
- [16] M. Castillo-Rodríguez, A. Muñoz, A. Domínguez- Rodríguez, Effect of atmosphere and

- sintering time on the microstructure and mechanical properties at high temperatures of α -SiC sintered with liquid phase $Y_2O_3-Al_2O_3$, Journal of the European Ceramic Society 26 (2006) 2397–2405
- [17] F. Rodríguez-Rojas, A.L. Ortiz *, O. Borrero-López, F. Guiberteau, Effect of Ar or N₂ sintering atmosphere on the high-temperature oxidation behaviour of pressureless liquid-phase-sintered α -SiC in air, Journal of the European Ceramic Society 30 (2010) 119–128
- [18] A. L. Ortiza, A. Muñoz-Bernabé, O. Borrero-López, A. Domínguez-Rodríguez, F. Guiberteau, N.P. Padturec, Effect of sintering atmosphere on the mechanical properties of liquid-phase-sintered SiC, Journal of the European Ceramic Society 24 (2004) 3245–3249
- [19] K. Suzuki*, M. Sasaki, Effects of sintering atmosphere on grain morphology of liquid-phase-sintered SiC with Al₂O₃ additions, Journal of the European Ceramic Society 25 (2005) 1611–1618
- [20] You Zhou*, Kiyoshi Hirao, Yukihiko Yamauchi, Shuzo Kanzaki, Tailoring the mechanical properties of silicon carbide ceramics by modification of the intergranular phase chemistry and microstructure, Journal of the European Ceramic Society 22 (2002) 2689–2696
- [21] Jong-Kook Lee, Hidehiko Tanaka, Hwan Kim, Duk-Jun Kim, Microstructural changes in liquid-phase sintered α -silicon carbide, Materials Letters 29 (1996) 135-142
- [22] Yoshihiro Hirata, Naoto Suzue, Naoki Matsunaga, Soichiro Sameshima, Particle size effect of starting SiC on processing, microstructures and mechanical properties of liquid phase-sintered SiC, Journal of the European Ceramic Society 30 (2010) 1945–1954
- [23] L. K. L. Falk, microstructural development during liquid phase sintering of silicon carbide, Journal of the European Ceramic Society 17 (1997) 983-994
- [24] E. Gomez, J. Echeberria, I. Iturriza, F. Castro, Liquid phase sintering of SiC with additions of Y_2O_3, Al_2O_3 and SiO_2 , Journal of the European Ceramic Society 24 (2004) 2895–2903
- [25] Jingmei Ma, Feng Ye, Limeng Liu, Haijiao Zhang, Processing and microstructure characterization of liquid-phase-sintered, α -SiC matrix composites, Journal of Alloys and Compounds 493 (2010) L15–L18
- [26] Zafer Tatli, Derek P. Thompson, The use of MgO-coated SiC powders as low temperature densification materials, Journal of the European Ceramic Society 27 (2007) 1313–1317
- [27] Z.H. Huang, D.C. Jia, Y. Zhou, Y.G. Liu, A new sintering additive for silicon carbide ceramic, Ceramics International 29 (2003) 13–17
- [28] Wen Cheng Wei, Ran-Rong Lee, pressureless sintering of AlN-SiC composites, JMS, 26 (1991), 2930-2936
- [29] Ricardo Fuentes, Sintering of silicon carbide, Ph.D Thesis, MIT (1986)
- [30] Je-Hun Lee, Doh-Yeon Kim, Young-Wook Kim, Grain boundary crystallization during furnace cooling of α -SiC sintered with $Y_2O_3-Al_2O_3-CaO$, Journal of the European Ceramic Society 26 (2006) 1267–1272
- [31] M. Ghaffari, E. Salahi, F. Golestanifard, A method for the formation of intergranular crystalline phases in liquid phase sintering, Int. Jou. Mat. Res. Vol. 105, No10, (2014), 968-974
- [32] Widerra, A., Schaefer, H., Z. Naturf., B: Anorg. Chem., Org. Chem., Bioc., Biop., Bio., 32, 1349, (1977)
- [33] F. K. van Dijen & E. Mayer, Liquid Phase Sintering of Silicon Carbide, Journal of the European Ceramic Society 16 (1996) 413420