فصلنامه‌ی علمی پژوهشی

علم و مهندسی سرامیک

دوره‌ی ۸، شماره‌ی ۴، زمستان ۱۳۹۸

اثر نوع پودر و افزودنی CaO بر خواص SiC سینتر شده به روش بدون فشار در سیستم افزودنی Al_2O_3-Y_2O_3-CaO

نوع مقاله: علمی پژوهشی

راضیه اسحاقیان، ناصر احسانی، حمیدرضا بهاروندی، مینا سعیدی حیدری*

مجتمع مواد و فناوری‌های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر

* Minasaeedi85@gmail.com

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۱۷ اردیبهشت ۱۳۹۸

پذیرش: ۲۱ مهر ۱۳۹۸

کلید واژه:

کاربید سیلیسیم، سینتر بدون فشار، Al_2O_3-Y_2O_3-CaO، سینترپذیری

چکیده:

در این تحقیق تأثیر استفاده از دو نوع پودر مختلف کاربید سیلیسیم شامل (β-SiC) SiC-1 و β-) SiC-2 (SiC+α-SiC) و هم‌چنین مقادیر مختلف افزودنی CaO شامل ۰، ۰/۴ و ۰/۸ درصد وزنی بر رفتار سینتر SiC سینتر شده به روش بدون فشار با سیستم افزودنی Al_2O_3-Y_2O_3-CaO مورد بررسی قرار گرفته است. در تمامی نمونه‌ها نسبت مولی Al_2O_3:Y_2O_3 برابر با ۳:۲ و مجموع درصد وزنی افزودنی‌ها در مقدار ثابت ۹ درصد وزنی ثابت در نظر گرفته شد. نمونه‌ها در دمای ۱۹۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد به مدت ۱ ساعت در اتمسفر آرگون سینتر شدند. نتایج نشان دهنده این است که چگالی نسبی، مدول الاستیک، میکروسختی و چقرمگی شکست نمونه‌های سینتر شده از پودر SiC-2 بیشتر از پودر SiC-1 می‌باشد. هم‌چنین با افزودن CaO تا ۰/۴ درصد وزنی در هر دو نوع پودر سینترپذیری افزایش یافته و سپس با افزایش آن تا ۰/۸ درصد وزنی سینترپذیری کاهش یافته است. بیشترین میزان چگالی نسبی و مدول الاستیک در نمونه‌های سینتر شده توسط پودر SiC-1 به ترتیب برابر با ۸۰/۸۶ درصد و ۱۱/۰۰ GPa ± ۲۷۳/۹۹ و در نمونه‌های سینتر شده توسط پودر SiC-2 به ترتیب برابر با ۹۲/۳۴ درصد و ۸/۴۰ GPa ± ۳۴۴/۵۵ است. هم‌چنین بیشترین میزان میکروسختی و چقرمگی شکست در نمونه‌های سینتر شده توسط پودر SiC-2 در ۰/۴ درصد وزنی CaO و به ترتیب برابر با ۰/۸۲ GPa ± ۱۹/۵۱ و ۰/۵ MPa.m$^{1/2}$ ± ۴/۷ به دست آمده است.

۱- مقدمه

کاربید سیلیسیم (SiC) ترکیبی کوالانسی است که دارای چگالی پایین، سختی بالا، استحکام ذاتی خوب و مدول الاستیک بالا است. این ماده دارای بیش از ۲۰۰ دگرشکل[1] مختلف که نوعی نقص چیدمان صفحات اتمی است می‌باشد. معروف‌ترین دگرشکل‌های SiC شامل 3C، 6H،

[1] polytype

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-09-09]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.1.8]

4H، 2H و 15R می‌باشند که دارای ساختارهای مختلفی هستند. به‌طور مثال 3C دارای تقارن مکعبی است که لایه‌های آن به‌صورت ....ABCAB قرار گرفته‌اند [۱]. در 6H لایه‌ها به‌صورت ABCACB قرار گرفته‌اند که این ترتیب در لایه‌های بعدی تکرار شده است [۲]. 3C تنها دگرشکل مکعبی SiC است که تحت عنوان β-SiC شناخته می‌شود. تقارن‌ها و ترتیب‌های مختلف چیده شدن دیگری نیز در این سرامیک قابل مشاهده است. بیشتر دگرشکل‌های SiC دارای تقارن هگزاگونال می‌باشند که 2H، 4H و 6H از این دسته‌اند. کاربید سیلیسیم دارای دگرشکل معمول دیگری نیز به نام 15R است که تقارن رومبوهدرال دارد. همچنین دگرشکل‌های دیگری نظیر 33R و 1200R نیز وجود دارند. تمامی دگرشکل‌های غیرمکعبی تحت عنوان α-SiC شناخته می‌شوند [۱].

چگالش کاربید سیلیسیم بدون اضافه کردن افزودنی بسیار مشکل است. علت این موضوع وجود پیوند کوالانسی قوی بین Si و C و ضریب نفوذ در خود پایین آن می‌باشد. از این رو تولید سرامیک SiC یکپارچه تقریباً غیرممکن است [۳, ۴]. سینتر کاربید سیلیسیم را می‌توان به دو حالت جامد و یا مایع انجام داد. در سینتر فاز جامد، به علت دمای بالای سینتر، هزینه‌ی قطعات تولیدی بالا است. توسط سینتر فاز مایع (LPS[2]) می‌توان هزینه تولید را کاهش داد. اما کاهش هزینه تولید همراه با افت برخی از خواص از جمله سختی نمونه خواهد بود. یکی از محدودیت‌های اصلی سینتر حالت جامد، چقرمگی پایین نمونه‌های تولیدی به این روش می‌باشد که به‌وسیله ایجاد فاز مرزدانه‌ای می‌توان چقرمگی شکست را به میزان قابل توجهی افزایش داد. این موضوع بیانگر آن است که چنانچه هدف رسیدن به چقرمگی بالا - باشد، بایستی از سینتر فاز مایع کمک گرفت. سینتر فاز مایع SiC را می‌توان به دو حالت تحت فشار و یا بدون فشار انجام داد. سینتر فاز مایع به روش تحت فشار محدودیت‌هایی در شکل و اندازه‌ی نمونه‌ها و نیز هزینه‌ی بالا را در بر دارد؛ به همین منظور می‌توان از سینتر فاز مایع بدون فشار که آسان‌تر و اقتصادی‌تر است استفاده نمود [۵, ۶].

سینتر فاز مایع بدون فشار کاربید سیلیسیم همراه با افزودنی‌های اکسیدی نظیر Al_2O_3 و Y_2O_3 باعث ایجاد خواص مکانیکی و حرارتی قابل توجهی می‌شود [۷]. استفاده از افزودنی کلسیا در کنار آلومینا و ایتریا باعث کاهش دمای تشکیل فاز مایع می‌شود. از آنجا که در سیستم Al_2O_3-Y_2O_3-CaO، دمای یوتکتیک پایین‌تر از سیستم Al_2O_3-Y_2O_3 می‌باشد؛ بنابراین امکان سینتر در دمای پایین‌تر فراهم می‌شود [۸]. لی[3] و همکارانش [۹] و همچنین ژان[4] و همکارانش [۱۰] تاثیر نوع پودر اولیه کاربید سیلیسیم را در سیستم افزودنی Al_2O_3-Y_2O_3-CaO به روش پرس داغ مورد بررسی قرار داده‌اند. لی و همکارانش [۹] رابطه بین ریز ساختار و چقرمگی شکست بدنه‌های SiC و ژان و همکارانش [۱۰] تاثیر نوع پودر SiC بر استحکام بخشی بدنه‌های سرامیک‌های SiC را بررسی کردند. با این حال تاکنون تاثیر نوع پودر SiC و میزان افزودنی Cao بر خواص SiC سینتر شده به روش بدون فشار در سیستم افزودنی Al_2O_3-Y_2O_3-CaO بررسی نشده است. بر این اساس در

[2] liquid phase sintering

[3] Lee
[4] Zhan

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-09-09]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.1.8]

این مقاله اثر دو نوع پودر مختلف کاربید سیلیسیم و مقادیر مختلف افزودنی CaO بر رفتار سینتر بدون فشار کاربید سیلیسیم مورد بررسی قرار گرفته است.

۲- فعالیت‌های تجربی

پودرهای اولیه شامل SiC-1 (β-SiC)، SiC-2 (β-SiC + α-SiC)، Al_2O_3، Y_2O_3 و $CaCO_3$ بود. اندازه ذرات هر دو نوع پودر کاربید سیلیسیم زیر میکرون بود. $CaCO_3$ در طول سینتر تکلیس شده و تبدیل به CaO می‌شود. در هر دو نوع پودر میزان کل پودر SiC برابر با ۹۱ درصد وزنی و مقدار افزودنی برابر با ۹ درصد وزنی در نظر گرفته شد. نسبت مولی $Al_2O_3:Y_2O_3$ در تمامی نمونه‌ها برابر با ۳:۲ بود. جهت بررسی اثر افزودن مقادیر مختلف CaO مقادیر اکسید کلسیم برابر با ۰، ۰/۴ و ۰/۸ درصد وزنی به سیستم افزودنی اضافه شد. به ازای افزودن هر ۱ گرم $CaCO_3$ پس از تکلیس آن ۰/۵۳ گرم CaO تشکیل خواهد شد. اطلاعات کامل مربوط به نمونه‌های تهیه شده در جدول ۱ گزارش شده است.

جدول ۱- ترکیب نمونه‌های تهیه شده.

کد نمونه	نوع پودر SiC	نسبت مولی $Al_2O_3:Y_2O_3$	درصد وزنی CaO
S1-0	SiC-1 (β-SiC)	۳:۲	۰
S1-4	SiC-1 (β-SiC)	۳:۲	۰/۴
S1-8	SiC-1 (β-SiC)	۳:۲	۰/۸
S2-0	SiC-2 (β-SiC + α-SiC)	۳:۲	۰
S2-4	SiC-2 (β-SiC + α-SiC)	۳:۲	۰/۴
S2-8	SiC-2 (β-SiC + α-SiC)	۳:۲	۰/۸

جهت تهیه نمونه‌های آزمایشگاهی با توجه به چگالی هر یک از اجزاء ترکیب، توزین صورت گرفت. پس از توزین مواد اولیه توسط ترازوی دیجیتالی، عملیات آسیاب به کمک آسیاب سیاره‌ای به مدت سه ساعت و با سرعت ۲۰۰rpm در محیط ایزوپروپانول انجام شد. سپس دوغاب حاصل به مدت ۲۴ ساعت در خشک کن حرارتی در دمای ۱۱۰ درجه سانتی‌گراد قرار گرفت. بعد از آن نمونه‌های خشک شده از الک با مش ۶۰ عبور داده شده و توسط پرس هیدرولیک تک محوره با فشار ۱۲۰MPa و در قالب فولادی پرس شدند. به این ترتیب نمونه‌هایی با قطر ۱/۲cm و ارتفاع ۵mm حاصل شدند. نمونه‌ها جهت انجام فرآیند پرس ایزواستاتیک سرد در محیط ایزوله به‌منظور جلوگیری از نفوذ آب قرار داده شده و عملیات پرس ایزواستاتیک سرد با فشار ۱۵۰ MPa روی نمونه‌ها صورت گرفت.

عملیات سینتر نمونه‌ها در دو مرحله انجام شد. در مرحله‌ی ابتدایی به‌منظور حذف مواد فرار موجود، همه نمونه‌ها تا دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد و با نرخ حرارت دهی ۱°C/min با مدت زمان نگهداری ۱ ساعت پیرولیز شدند. سپس نمونه‌ها در بوته‌ای گرافیتی و به‌صورت مدفون در پودر بستر حاوی کاربید سیلیسیم، آلومینا، ایتریا و کربنات کلسیم قرار داده شدند. عملیات سینتر در اتمسفر آرگون و در دمای ۱۹۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد به مدت ۱ ساعت انجام شد. میانگین سرعت سرد شدن نمونه‌ها در حدود ۳۰°C/min بود.

جهت اندازه‌گیری چگالی نسبی از روش ارشمیدس و از استاندارد ASTM C373-88 استفاده شد. چگالی تئوری نمونه‌های کامپوزیتی بر اساس قانون مخلوط‌ها محاسبه شد.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-09-09]

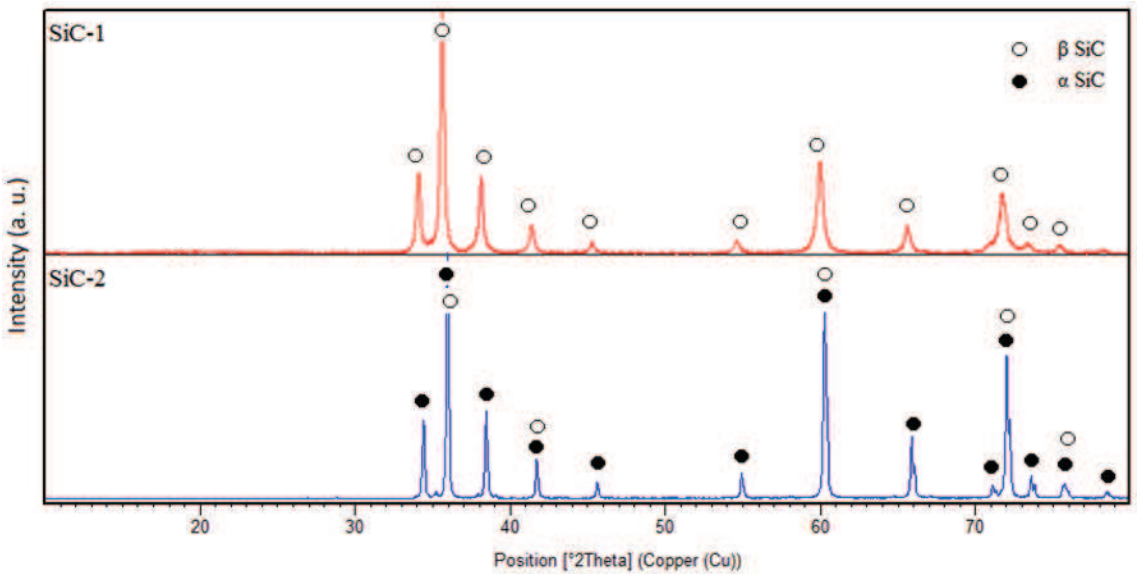
[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.1.8]

درصد انقباض نمونه‌ها با استفاده از استاندارد ASTM C326-82 و مدول الاستیک توسط استاندارد ASTM C1198-01 و بر اساس تغییرات سرعت صوت در ماده محاسبه شد. آنالیز فازی پودرهای اولیه با استفاده از روش پراش اشعه ایکس و توسط دستگاه با پرتو CuK_{α} انجام شد. جهت بررسی سطح شکست نمونه‌ها از میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM) با ولتاژ اعمالی ۱۵ KV و آشکارساز الکترون ثانویه[5] استفاده شد.

۳- نتایج و بحث

الگوی پراش اشعه ایکس دو نوع پودر SiC-1 و SiC-2 به صورت مقایسه‌ای در شکل ۱ نشان داده شده است. با توجه به این شکل می‌توان مشاهده نمود که پودر SiC-1 تنها از نوع β-SiC است اما پودر SiC-2 ترکیبی از β-SiC و α-SiC می‌باشد. کم شدن پهنای پیک و افزایش شدت آن‌ها در SiC-2 نشان‌دهنده بلوری شدن بهتر پودر به دلیل دمای بالاتر فرآیند سنتز آن است.

مهم‌ترین موضوع مورد بحث، مبحث تفاوت فازهای شناسایی‌شده در این دو نوع پودر است. پودر SiC-1 تنها از نوع β-SiC بوده و بنابراین با قرارگیری در دمای بالا، مستعد استحاله‌ی β→α است. اما پودر SiC-2 شامل ترکیبی از دو نوع فاز α-SiC و β-SiC می‌باشد و عمده فاز تشکیل‌دهنده آن α-SiC است بنابراین تمایل کمتری نسبت به پودر SiC-1 جهت استحاله از خود نشان می‌دهد. این تفاوت بنیادی تأثیر قابل توجهی بر ریزساختار نمونه‌های سینتر شده از هر دو نوع پودر دارد. در شکل ۲ تصاویر FESEM از سطح شکست دو نمونه S1-4 و S2-4 نشان داده شده است.

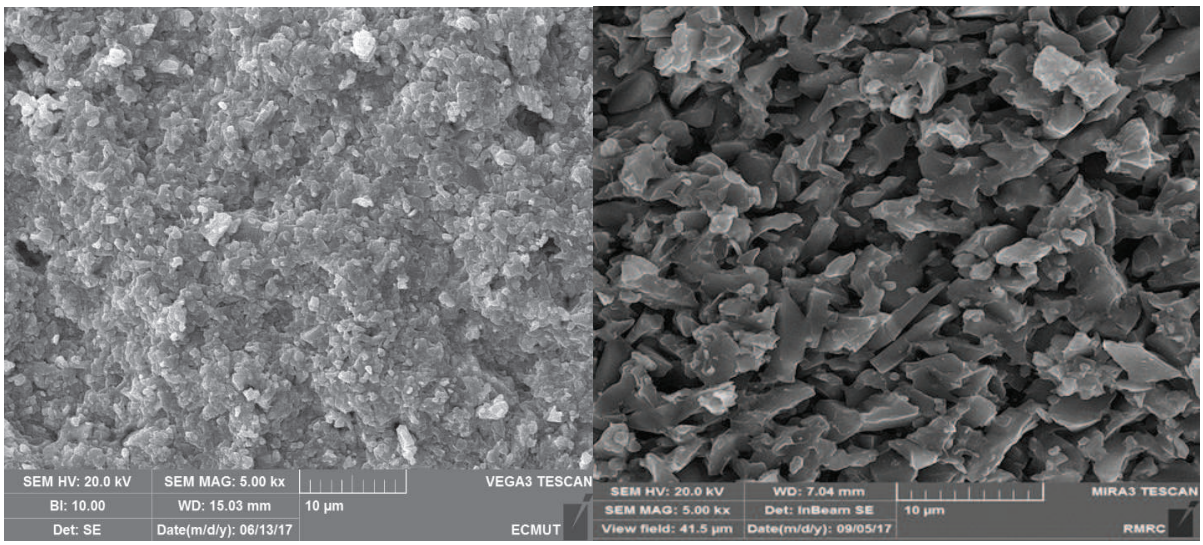


شکل ۱- الگوی پراش اشعه ایکس دو نوع پودر SiC-1 و SiC-2.

[5] Secondary Electrons Detector

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-09-09]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.1.8]



ب الف

شکل ۲- تصاویر FESEM مربوط به سطح شکست نمونه‌های الف) S1-4 **و ب)** S2-4.

با توجه به شکل ۲ مشاهده می‌شود که در نمونه S1-4 دانه‌هایی کشیده به وجود آمده‌اند اما در نمونه S2-4 دانه‌ها اکثراً به حالت هم‌محور هستند. به‌علاوه مشاهده می‌شود که در نمونه S1-4 دانه‌هایی بزرگ‌تر نسبت به نمونه‌ی S2-4 به وجود آمده است. ساختار بلوری β-SiC به‌صورت مکعبی می‌باشد. زمانی که از β-SiC استفاده شود، در حین عملیات سینتر، استحاله β→α رخ می‌دهد و باعث کشیده شدن دانه‌ها هنگام رشد دانه‌های SiC می‌شود. نسبت ابعادی دانه‌ها توسط استحاله می‌تواند به چندین برابر برسد. طبق نظر ایکسو [۱۱]، هنگام استفاده از β-SiC نسبت ابعادی می‌تواند به ۳/۸ برابر اندازه پودر اولیه برسد. موضوع قابل‌توجه، رشد کاملاً ناهمگن β-SiC به دلیل استحاله β→α است. این موضوع باعث قفل شدن دانه‌ها در هم و ایجاد ممانعت فضایی جهت چگالش می‌شود [۵] . قفل شدن دانه‌ها در هم به‌وضوح در شکل ۲- الف دیده می‌شود. چنانچه از پودر اولیه α-SiC استفاده شود، ریزساختار نهایی عمدتاً ریزدانه و هم‌محور خواهد بود. پودر SiC-2 شامل ترکیبی از α-SiC و β-SiC است. زمانی که مخلوطی از این دو نوع فاز استفاده شود، ریزساختاری ریزدانه‌تر و هم‌محور به دست می‌آید. زیرا دانه‌های α-SiC اکثراً به‌صورت هم‌محور رشد کرده و میزان کشیده شدن دانه‌ها در آن‌ها کم خواهد بود. به دلیل حضور دگرشکل β-SiC در پودر SiC-2، استحاله β→α نیز رخ خواهد داد. در این حالت دانه‌های α-SiC به‌عنوان جوانه عمل کرده و باعث ترغیب استحاله β→α می‌شوند. هرچه تعداد دانه‌های α-SiC بیشتر باشد، در واقع تعداد دانه‌های در حال رشد بیشتری در حجم مشخصی از ماده حضور داشته و درنتیجه اندازه هر دانه کوچک‌تر می‌شود [۱۲]. با توجه به این‌که فاز عمده موجود در پودر SiC-2 از نوع α-SiC است، بنابراین حضور دانه‌هایی بسیار کوچک‌تر در نمونه‌ی S2-4 نسبت به نمونه‌ی S1-4 قابل پیش‌بینی است.

موضوع مورد بحث دیگر، حضور دگرشکل‌های مختلف فاز

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-09-09]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.1.8]

α-SiC است. علاوه بر استحاله کلی β→α، در فاز α-SiC امکان استحاله‌های دیگری بین دگرشکل‌های مختلف نظیر 6H، 4H و 15R وجود دارد. ترتیب این استحاله‌ها به‌صورت 3C→6H→4H→15R است. بعد از تشکیل فاز 6H چنانچه دما و زمان کافی به نمونه داده شود، استحاله 6H→4H نیز می‌تواند رخ دهد. استحاله 6H→4H می‌تواند باعث کشیده‌تر شدن دانه‌ها شود. طبق نظر کیم و همکارانش [۱۳] چنانچه در پودر اولیه جوانه‌های فاز 6H حضور داشته باشند، در ساختار نهایی نیز عمده فاز موجود 6H خواهد بود. آنچه با توجه به تصویر FESEM موجود در شکل ۲-ب مشاهده می‌شود، عدم کشیده شدن دانه‌ها است. این موضوع به دلیل حضور تعداد زیادی جوانه فاز α-SiC می‌باشد. ممکن است عدم رخداد محسوس استحاله 6H→4H نیز دلیل دیگر ریزدانه شدن در این نمونه باشد.

بنابراین در پودر SiC-1 رشد افراطی دانه‌ها به دلیل انجام استحاله β→α و قفل شدن آن‌ها در هم مانع از چگال شدن مناسب نمونه‌ها شد. در مقابل در پودر SiC-2 به دلیل حضور مقدار زیاد فاز α-SiC، این فاز به‌عنوان جوانه عمل کرده و به دلیل حضور تعداد زیادی جوانه در حجم مشخصی از ماده، ممانعت فضایی جهت رشد دانه به وجود آمده و بنابراین رشد افراطی دانه صورت نگرفته است. به این ترتیب فرآیند چگال شدن در نمونه‌های تهیه شده از پودر SiC-2 بهتر صورت گرفته است.

نتایج تحقیقات لی و همکارانش [۹] و ژان و همکارانش [۱۰] که از سیستم افزودنی Al_2O_3-Y_2O_3-CaO جهت سینتر نمونه‌ها به روش پرس داغ استفاده کرده‌اند نشان داد که هنگام استفاده از مخلوط دو نوع پودر β-SiC و α-SiC نسبت به زمانی که تنها از پودر β-SiC استفاده شده است، استحاله β→α ترغیب شده و در نمونه نهایی میزان α-SiC موجود به دلیل نقش جوانه‌زنی آن بیشتر بوده است. همچنین در تحقیق لی و همکارانش [۹] مشاهده شد که هنگام افزودن مقادیر قابل توجه از پودر α-SiC (بیشتر از ۵ درصد) به پودر β-SiC در مقایسه با افزودن مقادیر کمتری از فاز α به دلیل حضور تعداد قابل توجهی از جوانه‌های فاز α-SiC و ایجاد ممانعت فضایی جهت رشد دانه‌ها، نسبت ابعادی دانه‌ها کاهش یافته است.

تغییرات چگالی نسبی نمونه‌های سینتر شده از هر دو نوع پودر SiC-1 و SiC-2 بر حسب تغییرات درصد وزنی CaO در شکل ۳ نشان داده شده است. همان‌طور که در شکل ۳ مشاهده می‌شود به‌طور کلی چگالی نسبی در نمونه‌های سینتر شده از پودر SiC-2 بیشتر از نمونه‌های سینتر شده از پودر SiC-1 است.

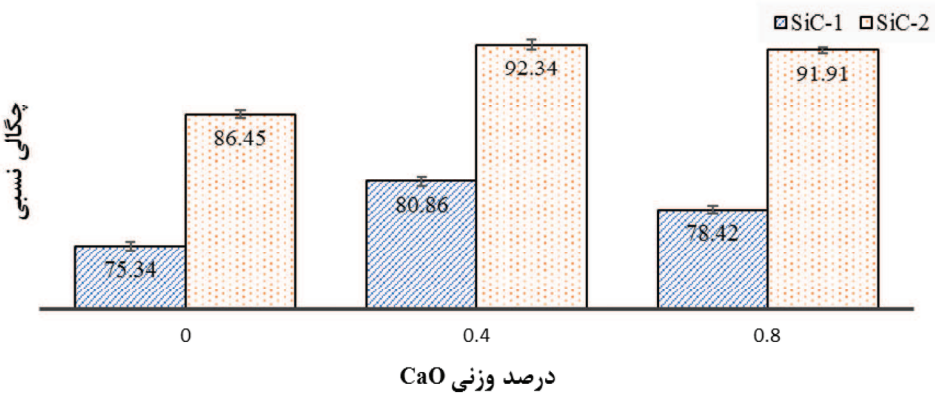
همچنین در هر دو سری از نمونه‌های سینتر شده از پودر SiC-1 و SiC-2 با افزایش درصد وزنی CaO تا ۰/۴ درصد وزنی چگالی نسبی افزایش یافته و سپس با افزایش بیشتر آن تا ۰/۸ درصد وزنی چگالی نسبی کاهش یافته است. به این ترتیب بیشترین میزان چگالی نسبی در نمونه‌های سینتر شده توسط پودر SiC-1 در نمونه‌ی S1-4 و برابر با ۸۰/۸۶ درصد و در نمونه‌های سینتر شده توسط پودر SiC-2 در نمونه S2-4 و برابر با ۹۲/۳۴ درصد است. علت این امر این است که در صورتی‌که علاوه بر آلومینا و ایتریا از افزودنی سوم CaO جهت انجام فرآیند سینتر استفاده شود، این افزودنی باعث کاهش دمای تشکیل فاز مایع شده [۱۴] و بنابراین فرآیند سینتر و مکانیزم‌های مربوط به آن

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-09-09]

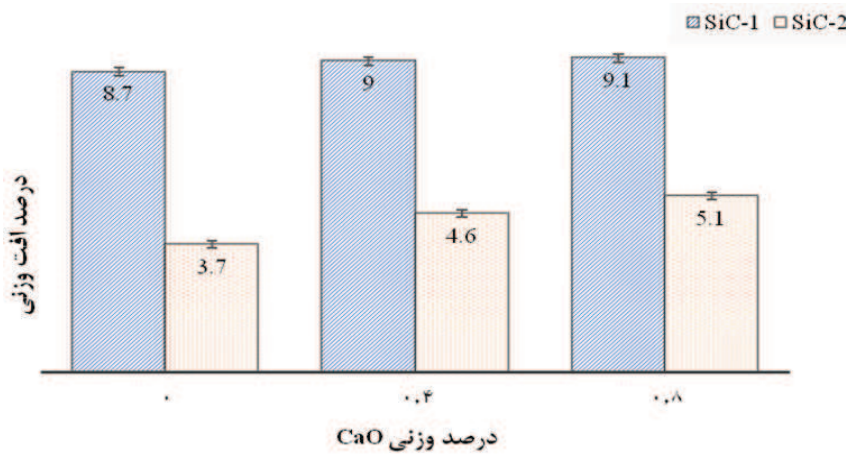
[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.1.8]

سریع‌تر فعال خواهد شد. به عبارتی افزودن CaO باعث می‌شود گرانروی فاز مایع کاهش پیدا کند و فرآیند انحلال و رسوب مجدد با توجه به گرانروی پایین‌تر فاز مایع، سریع‌تر انجام شود. به‌علاوه با افزایش میزان کلسیا، فاز مایع در دمای پایین‌تری شکل گرفته و بنابراین علاوه بر شروع فرآیند سینتر در دمای پایین‌تر، تبخیر افزودنی‌ها نیز سریع‌تر آغاز شده و سرعت می‌گیرد. بنابراین واضح است که دو عامل انحلال و رسوب مجدد و به‌علاوه تبخیر افزودنی‌ها و افت وزنی، با یکدیگر در رقابت بوده و افزودن CaO جهت افزایش چگالی نسبی تنها تا حدی که باعث بهبود انجام مکانیزم‌های مربوط به سینتر باشد مفید است و زمانی که با افزودن بیشتر آن، سرعت تبخیر افزودنی‌ها نیز زیاد شود، مضر خواهد بود. بنابراین افزودن میزان CaO تا ۰/۴ درصد وزنی باعث بهبود شرایط سینتر شده و افزایش مقدار CaO تا ۰/۸ درصد وزنی به دلیل سرعت گرفتن تبخیر افزودنی‌ها و افت وزنی مانع از چگالش بیشتر می‌شود.

مقدار درصد افت وزنی نمونه‌های سینتر شده در شکل ۴ نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود با افزایش درصد وزنی CaO میزان افت وزنی افزایش می‌یابد. افت وزنی در اثر تبخیر و یا واکنش کاربید سیلیسیم با افزودنی‌های اکسیدی و خروج گازهایی از جمله SiO و Al_2O است [۱۵, ۱۶].



شکل ۳- تغییرات چگالی نسبی نمونه‌های سینتر شده از دو پودر SiC-1 و SiC-2 در مقادیر مختلف افزودنی CaO.



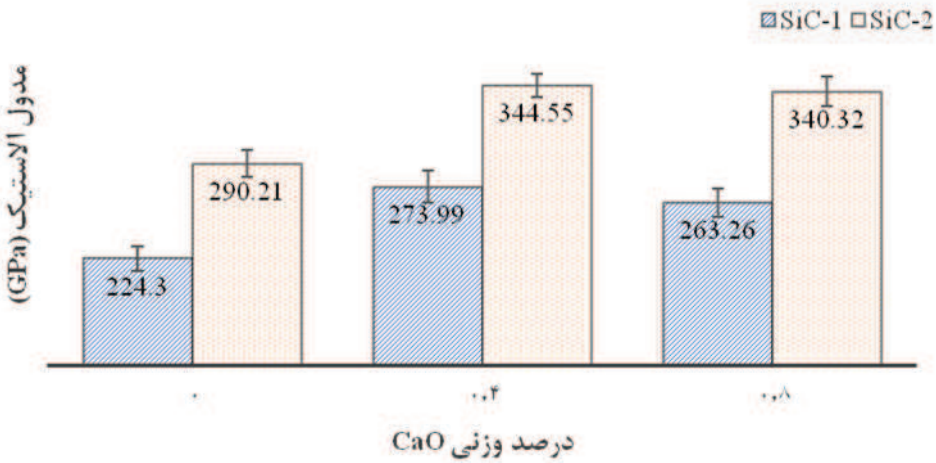
شکل ۴- درصد افت وزنی نمونه‌های سینتر شده از دو پودر SiC-1 و SiC-2 در مقادیر مختلف افزودنی CaO.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-09-09]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.1.8]

عواملی که روی افت وزنی اثرگذار هستند شامل فشار بخار افزودنی‌ها و دمای تشکیل فاز مذاب است. فشار بخار آلومینا و کلسیا نسبت به ایتریا بسیار بیشتر است و با افزایش درصد وزنی CaO موجود در نمونه‌ها، دمای تشکیل فاز مذاب کاهش می‌یابد. به همین دلیل مشاهده می‌شود که با افزایش درصد وزنی CaO درصد افت وزنی نیز در نمونه‌ها افزایش یافته است. مورد دیگری که در شکل ۴ مشاهده می‌شود، بیشتر بودن میزان افت وزنی در نمونه‌های سینتر شده توسط پودر SiC-1 نسبت به پودر SiC-2 است. همان‌طور که توضیح داده شد، نوع دگرشکل پودر ابتدایی در SiC-1 و SiC-2 متفاوت بوده و در پودر SiC-1 به دلیل کشیده شدن بیش‌ازحد دانه‌ها و ایجاد ممانعت فضایی، چگالش به‌خوبی رخ نداده است. احتمالاً علت بیشتر بودن افت وزنی در نمونه‌های سینتر شده توسط پودر SiC-1 نیز عدم چگالش خوب این نوع پودر است. به عبارت دقیق‌تر در پودر SiC-2 به علت چگالش بهتر آن، فاز مذاب تشکیل‌شده در فضای بسته‌تری قرار گرفته است که امکان افت وزنی از طریق تولید گاز در آن کمتر بوده است. اما در پودر SiC-1 به علت حضور میزان تخلخل بیشتر، مسیر موجود جهت خروج گاز بیشتر بوده و بنابراین افت وزنی بیشتری در آن رخ داده است.

تغییرات مدول الاستیک نمونه‌های سینتر شده از هر دو نوع پودر SiC-1 و SiC-2 در شکل ۵ نشان داده شده است. همان‌طور که در شکل ۵ مشاهده می‌شود، تغییرات مدول الاستیک در نمونه‌ها مشابه با تغییرات چگالی نسبی است. طبق رابطه ۱، هرچه تخلخل موجود در ماده بیشتر باشد، مدول الاستیک کمتر است.



شکل ۵- تغییرات مدول الاستیک نمونه‌های سینتر شده از دو پودر SiC-1 و SiC-2 در مقادیر مختلف افزودنی CaO.

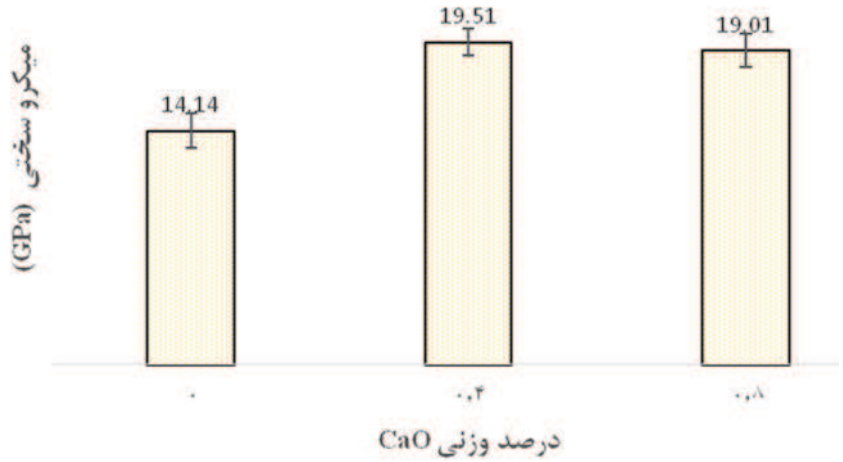
$$E = 460[(1-P) / (1+2.999P)] \text{ Gpa} \quad (۱)$$

نتایج مربوط به میکرو سختی و چقرمگی شکست نمونه‌های S2-0، S2-4 و S2-8 به ترتیب در شکل‌های ۶ و ۷ نشان داده شده است. انجام آزمون میکروسختی و چقرمگی شکست تنها در نمونه‌های تهیه شده از پودر SiC-2 صورت گرفت. زیرا میزان تخلخل موجود در نمونه‌های تهیه شده از پودر SiC-1 زیاد بوده به گونه‌ای که امکان ایجاد سطح

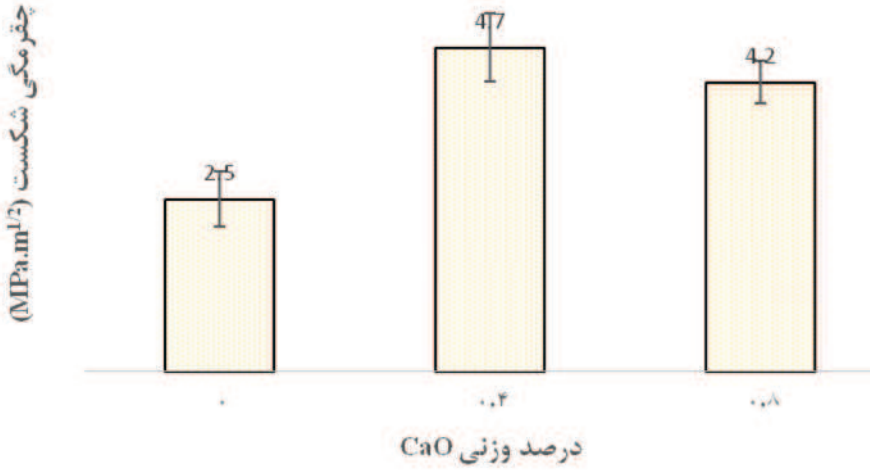
[Downloaded from ijcse.ir on 2026-09-09]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.1.8]

اثری مناسب و قابل قبول در آن‌ها وجود نداشت. به عبارتی اثر میکروسختی ایجاد شده روی سطح نمونه‌های سینتر شده توسط پودر SiC-1 به درستی قابل تشخیص نبوده و بنابراین امکان اندازه‌گیری قطر لوزی ایجاد شده و محاسبه صحیح میزان سختی و چقرمگی شکست در این حالت وجود نداشت.



شکل ۶- تغییرات میکروسختی بر حسب درصد وزنی کلسیا در نمونه‌های سینتر شده توسط پودر SiC-2.



شکل ۷- تغییرات چقرمگی شکست بر حسب درصد وزنی کلسیا در نمونه‌های سینتر شده توسط پودر SiC-2.

همان‌طور که در شکل ۶ مشاهده می‌شود، روند تغییرات میکرو سختی مشابه با تغییرات چگالی نسبی است و در نمونه‌های با چگالی بیشتر، میزان سختی بیشتری نیز حاصل شده است. هر چه چگالی نسبی بیشتر باشد این موضوع به این معنا است که فرورونده ویکرز در سطحی با تخلخل کمتر قرار گرفته و در نتیجه سطح اثر کوچک‌تری از خود بر جای گذاشته و به این ترتیب میزان سختی بیشتری حاصل شده است. علاوه بر اثر چگالی نسبی بر سختی، نوع فازهای موجود در نمونه نیز طبق قانون مخلوط‌ها بر میزان سختی اثرگذار است. سختی SiC از سختی فازهای مرزدانه‌ای

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-09-09]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.1.8]

موجود بیشتر است. بنابراین هرچه میزان فازهای سخت موجود در نمونه‌ای بیشتر باشد، میزان سختی آن نمونه نیز بیشتر خواهد بود. در نمونه‌های مقایسه شده در شکل ۶، تمامی نمونه‌ها دارای ۹ درصد وزنی افزودنی بوده و به علاوه در همه نمونه‌ها نسبت مولی آلومینا به ایتریا ثابت در نظر گرفته شده است. بنابراین احتمال تأثیر محسوس این موضوع بر میزان سختی با توجه به قانون مخلوط‌ها بسیار ضعیف است.

با توجه به شکل ۷ مشاهده می‌شود که با افزایش درصد وزنی CaO تا ۰/۴ درصد وزنی، چقرمگی شکست افزایش یافته و با افزایش بیشتر میزان کلسیا کاهش یافته است. طبق نظر واچمن و همکارانش [۱۷]، استحکام، اندازه‌ی دانه، میزان تخلخل و هم‌چنین ریزساختار ماده بر چقرمگی شکست اثرگذار است. رابطه‌ی استحکام و چقرمگی شکست مطابق با رابطه ۲ و رابطه‌ی چقرمگی شکست و میزان تخلخل مطابق با رابطه ۳ است.

$$\sigma_f = \frac{K_{IC}}{YC^{\frac{1}{2}}} \qquad (۲$$

$$K_C(P) = K_0 \exp(-bp) \qquad (۳$$

رابطه‌ی ۲ نشان می‌دهد که هر چه استحکام ماده بیشتر باشد، چقرمگی شکست آن نیز بیشتر است. از جمله عواملی که بر استحکام ماده اثرگذار است میزان تخلخل و اندازه تخلخل‌ها می‌باشد. استحکام در یک ماده سرامیکی به مفهوم مقاومت آن ماده در برابر شکست است. منشأ شکست در یک ماده‌ی سرامیکی عیوب موجود در آن می‌باشند. از جمله مهم‌ترین عیوب، تخلخل‌ها هستند. هر چه میزان تخلخل در یک ماده بیشتر باشد؛ در واقع تعداد مکان‌های مستعد جهت شروع فرآیند شکست بیشتر است. هم‌چنین هر چه اندازه‌ی تخلخل‌ها بزرگ‌تر باشد، در واقع آن تخلخل دارای اندازه‌ی بزرگ‌تر و نزدیک‌تری به اندازه عیب بحرانی داشته و آمادگی بیشتری جهت شروع شکست را دارد.

چقرمگی شکست یک ماده نیز عبارت است از مقاومت آن ماده در برابر ایجاد و انتشار ترک[۱۷]. به همین علت مشاهده می‌شود که روند تغییرات چقرمگی شکست در شکل ۷، مشابه با روند تغییرات چگالی نسبی است.

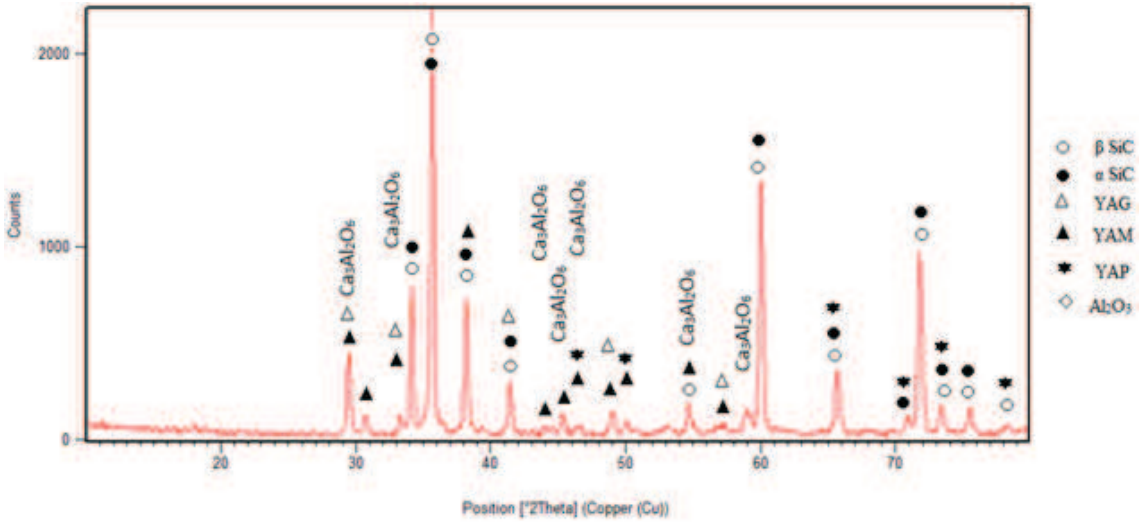
از آنجا که میزان درصد CaO افزوده شده به نمونه‌ها بسیار کم و کمتر از ۱ درصد وزنی بوده است، جهت بررسی تأثیر این افزودنی بر فازهای ایجاد شده پس از سینتر، آنالیز فازی از نمونه S2-8 که دارای مقدار بیشتری CaO بوده و به‌علاوه اتلاف وزن کمتری در آن نسبت به نمونه‌های سینتر شده از پودر SiC-1 صورت گرفته، انجام شد و در شکل ۸ نشان داده شده است.

همان‌طور که در شکل ۸ مشاهده می‌شود در اثر حضور CaO در نمونه پس از سینتر، فاز استوکیومتری $Ca_3Al_2O_6$ تشکیل شده است. سایر فازهای مرزدانه‌ای ایجاد شده شامل YAG، YAM و YAP است که با توجه به نمودار فازی Al_2O_3-Y_2O_3 قابل پیش‌بینی است [۱۸]. به‌علاوه هم‌چنان حضور فاز β-SiC قابل مشاهده است و نشان دهنده این است که استحاله β→α در شرایط سینتر تکمیل نشده است.

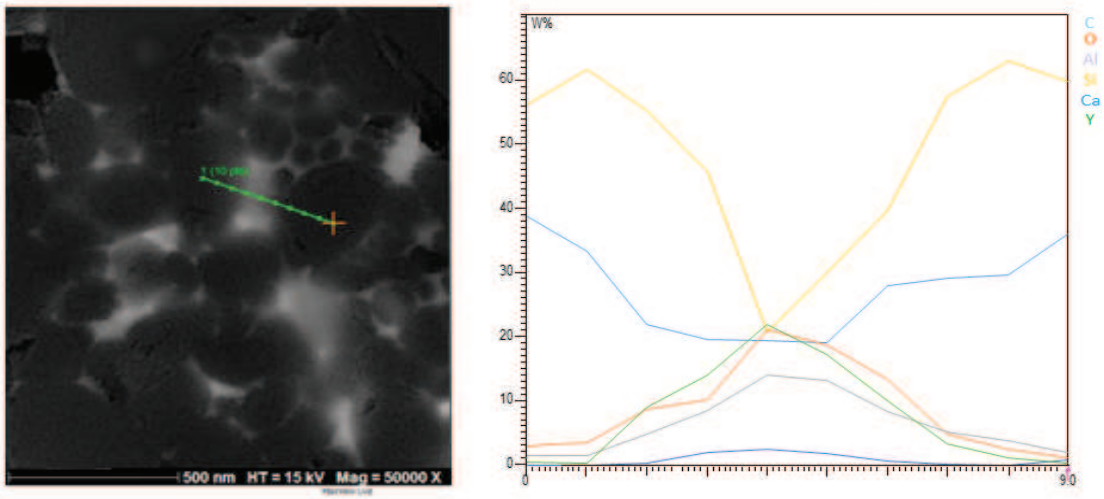
هم‌چنین جهت بررسی فاز مرزدانه‌ای و عناصر موجود در مرزدانه‌ها آنالیز خطی از نمونه S2-8 انجام شد و در شکل ۹ نشان داده شده است.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-09-09]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.1.8]



شکل ۸- الگوی پراش اشعه ایکس نمونه S2-8.



شکل ۹- آنالیز خطی حاصل از نمونه S2-8.

همان‌طور که در شکل ۹ مشاهده می‌شود، در نقاط ابتدایی و انتهایی تنها عناصر Si و C مشاهده می‌شوند که نشان دهنده حضور SiC است. نقاطی که روی مناطق سفید رنگ قرار گرفته‌اند، نشان‌دهنده حضور عناصر Al، Y، O و Ca می‌باشند. در این آنالیز، مقدار عنصر Ca بسیار ناچیز نشان داده شده است. این موضوع با توجه به اینکه افزودنی CaO تنها به مقدار ۰/۸ درصد وزنی به این نمونه اضافه شده است، بدیهی به نظر می‌رسد.

۴- نتیجه‌گیری

نتایج نشان دهنده این است که استفاده از پودر SiC-2 که شامل ترکیبی از دو نوع دگرشکل β-SiC و α-SiC نسبت به پودر SiC-1 که تنها از دگرشکل β-SiC تشکیل شده

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-09-09]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.1.8]

است، باعث ایجاد چگالی نسبی و مدول الاستیک بالاتری شده است. به هنگام استفاده از مخلوط دو دگرشکل β-SiC و α-SiC، دگرشکل α-SiC به‌عنوان جوانه عمل کرده و علاوه بر تسهیل استحاله‌ی β→α با ممانعت فضایی ایجاد شده، از رشد بیش از حد دانه‌ها نیز جلوگیری کرده است. با توجه به نقش CaO در پایین آوردن دمای تشکیل فاز مایع به هنگام سینتر و تأثیر همزمان آن بر بهبود انجام مکانیزم حل و رسوب مجدد و به‌علاوه تبخیر افزودنی‌ها، با افزودن CaO تا ۰/۴ درصد وزنی چگالش بهبود یافته و پس از آن با افزودن میزان ۰/۸ درصد وزنی CaO به دلیل سرعت گرفتن واکنش‌های اتلاف وزن، چگالی نسبی کاهش یافته است. به این ترتیب بیشترین میزان چگالی نسبی و مدول الاستیک در نمونه‌های سینتر شده از پودر SiC-2 به ترتیب برابر با ۹۲/۳۴ درصد و ۸/۴۰±۳۴۴/۵۵ GPa و در نمونه‌های سینتر شده از پودر SiC-1 به ترتیب برابر با ۸۰/۸۶ درصد و ۱۱/۰۰±۲۷۳/۹۹ GPa به دست آمده است. آزمون‌های میکروسختی و چقرمگی شکست تنها در نمونه‌های سینتر شده توسط پودر SiC-2 صورت گرفت و در نمونه‌های حاصل از پودر SiC-1 به دلیل سطح نامطلوب جهت انجام صحیح آزمون، صورت نگرفت. بیشترین میزان میکروسختی و چقرمگی شکست در نمونه حاوی ۰/۴ درصد وزنی کلسیا و به ترتیب به میزان ۰/۸۲±۱۹/۵۱ GPa و ۰/۵±۴/۷ $MPa.m^{1/2}$ حاصل شد.

مراجع

[1] S. R. Mercurio, "Effect of coprecipitation of sintering aids on the microstructure and grain boundary development of sintered silicon carbide," Doctor of philosophy, University of New Jersey, 2011.

[2] G. Wang, "Densification and Mechanical Properties of β-SiC with Alumina and Yttria Additions," Doctor of Philosophy, the Depatment of Materials and Metallurgical Engineering, 1999.

[3] K. Strecker, S. Ribeiro, D. Camargo, R. Silva, J. Vieira, and F. Oliveira, "Liquid phase sintering of silicon carbide with AlN/ Y2O3, Al2O3/ Y2O3 and SiO2/ Y2O3 additions," Materials Research, vol. 2, pp. 249-254, 1999.

[4] Z. H. Huang, D. C. Jia, Y. Zhou, and Y. G. Liu, "A new sintering additive for silicon carbide ceramic," Ceramics International, vol. 29, pp. 13-17, 2003.

[5] E. Gomez, J. Echeberria, I. Iturriza, and F. Castro, "Liquid phase sintering of SiC with additions of Y2O3, Al2O3 and SiO2," Journal of the European Ceramic Society, vol. 24, pp. 2895-2903, 2004.

[6] C.-Y. Liu, W.-H. Tuan, and S.-C. Chen, "Ballistic performance of liquid-phase sintered silicon carbide," Ceramics International, vol. 39, pp. 8253-8259, 2013.

[7] A. L. O. Oscar Borrero-Lopez, Fernando Guiberteau, Nitin P. Padture, "Effect of liquid-phase content on the contact-mechanical properties of liquid-phase-sintered α-SiC," Journal of the European Ceramic Society, vol. 27, pp. 2521-2527, 2007.

[8] Y.-K. w. S. Jung-Hye Eom, Young-Wook Kim, "Mechanical and Thermal Properties of Pressureless Sintered Silicon Carbide Ceramics with Alumina-Yttria-Calcia," J. Am. Ceram. Soc, pp. 1-7, 2016.

[9] S.-G. Lee, Y.-W. Kim, and M. Mitomo, "Relationship between Microstructure and Fracture Toughness of Toughened Silicon Carbide Ceramics," American ceramic society vol. 84, pp. 1, 347-1353, 2004.

[10] G.-D. Zhan, M. Mitomo, and Y.-W. Kim, "Microstructural Control for Strengthening of Silicon Carbide Ceramics," Journal of the American Ceramic Society, vol. 82, pp. 2924-2926, 1999.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-09-09]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.1.8]

[11] H. Xu, T. Bhatia, S. A. Deshpande, N. P. Padture, A. L. Ortiz, and F. L. Cumbrera, "Microstructural Evolution in Liquid-Phase-Sintered SiC: Part I, Effect of Starting Powder," Journal of the American Ceramic Society, vol. 84, pp. 1578-1584, 2001.
[12] J.-H. Eom, Y.-W. Kim, and I.-H. Song, "Effects of the initial α-SiC content on the microstructure, mechanical properties, and permeability of macroporous silicon carbide ceramics," Journal of the European Ceramic Society, vol. 32, pp. 1283-1290, 2012/06/01/ 2012.
[13] Y.-W. Kim, M. Mitomo, H. Emoto, and J.-G. Lee, "Effect of Initial α-Phase Content on Microstructure and Mechanical Properties of Sintered Silicon Carbide," Journal of the American Ceramic Society, vol. 81, pp. 3136-3140, 1998.
[14] J. H. Eom, Y. K. Seo, and Y. W. Kim, "Mechanical and Thermal Properties of Pressureless Sintered Silicon Carbide Ceramics with Alumina–Yttria–Calcia," Journal of the American Ceramic Society, vol. 99, pp. 1735-1741, 2016.
[15] S. Baud, F. Thévenot, A. Pisch, and C. Chatillon, "High temperature sintering of SiC with oxide additives: I. Analysis in the SiC–Al2O3 and SiC–Al2O3–Y2O3 systems," Journal of the European Ceramic Society, vol. 23, pp. 1-8, 2003.
[16] T. Grande, H. Sommerset, E. Hagen, K. Wiik, and M.-A. Einarsrud, "Effect of Weight Loss on Liquid-Phase-Sintered Silicon Carbide," Journal of the American Ceramic Society, vol. 80, pp. 1047-1052, 1997.
[17] J. B. Wachtman, W. R. Cannon, and M. J. Matthewson, Mechanical properties of ceramics: John Wiley & Sons, 2009.
[18] "phase equilibria diagram", ed, 2004.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-09-09]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.1.8]