فصلنامه‌ی علمی پژوهشی

علم و مهندسی سرامیک

دوره‌ی ۹، شماره‌ی ۲، تابستان ۱۳۹۹

سینترینگ بدنه 8YSZ به روش فلاش سینترینگ و بررسی اثر پارامترهای فرایندی

نوع مقاله: علمی پژوهشی

حامد محبی[۱]، سید محمد میرکاظمی[۲]*

[۱] دانشجوی دکتری مهندسی مواد دانشگاه علم و صنعت ایران/ کارشناس پژوهشی گروه انرژی‌های تجدیدپذیر پژوهشگاه نیرو

[۲] دانشیار دانشکده مهندسی متالورژی و مواد دانشگاه علم و صنعت ایران

* mirkazemi@iust.ac.ir

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۹ دی ۱۳۹۷

پذیرش: ۲۱ تیر ۱۳۹۸

کلید واژه:

زیرکونیایی پایدار شده با ۸ درصد مولی ایتریا؛ (8YSZ)؛ زینترینگ؛ شدت میدان الکتریکی؛ شدت جریان؛ خمیر اتصال؛ پیل سوختی؛ الکترولیت جامد.

چکیده:

در این پژوهش فرایند فلاش سینترینگ به عنوان روشی نوین به منظور سینترینگ مواد سرامیکی، مورد مطالعه قرار گرفته است و تاثیر پارامترهای فرایند مانند جریان فلاش، زمان ماندگاری تحت فلاش و نوع خمیر اتصال بر خواص بدنه‌های زیرکونیایی پایدار شده با ۸ درصد مولی ایتریا (8YSZ) بررسی شده است. نتایج نشان داد که بر خلاف روش‌های مرسوم سینترینگ، با استفاده از فرایند فلاش سینترینگ در دماهای به مراتب کمتر و زمان‌های به مراتب کوتاه‌تر می‌توان به نمونه سینتر شده دست یافت. با استفاده از شدت میدان الکتریکی مستقیم ۱۰۰V/cm و جریان فلاش ۱۶۰mA/mm^2 در دمای ۸۰۰°C و زمان ۳۰ ثانیه می‌توان به نمونه‌ای با چگالی بیش از ۹۵ درصد چگالی تئوری دست یافت. دستیابی به نمونه مشابه با استفاده از کوره الکتریکی و روش‌های معمول، مستلزم سینترینگ در دمای ۱۴۵۰°C به مدت زمان ۴ ساعت می‌باشد. همچنین بررسی چگالی نمونه‌ها نشان داد که دما و چگالی جریان فلاش تاثیر مستقیم بر چگالی نمونه‌ها دارند. همچنین نوع خمیر اتصال نیز بر دانسته نهایی نمونه موثر است و این تاثیر در چگالی جریان‌های کمتر قابل توجه‌تر است.

۱- مقدمه

عموماً یک بدنه سرامیکی از طریق شکل دهی بدنه خام و پخت آن در دمای بالا تهیه می‌شود. پخت بدنه‌های سرامیکی در دمای بالا که از آن به عنوان سینترینگ یاد می‌شود مهمترین مرحله در ایجاد تراکم بدنه سرامیکی و ایجاد بدنه یکپارچه است. از آنجا که فرایند سینترینگ خصوصا در مورد سرامیک‌های مهندسی در دماهای بسیار بالا (بیش از ۱۴۰۰ درجه سلسیوس) انجام می‌شود لذا علاوه بر مصرف بالای انرژی موجب استهلاک بالای تجهیزات خواهد شد[۱]. طی برآوردهای انجام شده توسط کمیسیون انرژی اروپا برای تولید هر کیلوگرم بدنه سرامیکی به چند

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-06]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.5.5]

مگاژول انرژی نیاز است که قسمت عمده آن مربوط به سینترینگ بدنه‌های سرامیکی است [۲]. یکی از چالش‌های اساسی در قرن حاضر دستیابی به روش‌های فراوری دوستدار محیط زیست است به گونه‌ای که کمترین سهم را در مصرف انرژی و گرمایش جهانی داشته باشند. علاوه بر جنبه‌های انرژی و زیست محیطی، چالش‌های موجود در روش‌های مرسوم سینترینگ مواد نظیر نیاز به دمای بسیار بالا برای سینترینگ برخی مواد، واکنش‌ها و استحاله‌های فازی ناخواسته ناشی از دما و زمان زیاد سینترینگ، تغییر ترکیب ماده به دلیل فراریت برخی اجزا و ... باعث شده است تا توجه به سمت روش‌های نوین سینترینگ که توانایی متراکم سازی مواد در زمان و دمای کمتر را دارند جلب شود. از جمله روش‌های نوین سینترینگ که در حال حاضر مورد استفاده قرار می‌گیرند می‌توان به سینترینگ پلاسمای جرقه‌ای (SPS) [۳]، مایکروویو سینترینگ [۴]، سینترینگ مقاومتی [۵] و ... اشاره کرد.

فرایند فلاش سینترینگ روشی جدید برای سینترینگ مواد است که در سال ۲۰۱۰ توسط راج و همکاران [۶] در دانشگاه کلورادو معرفی شده است. فلاش سینترینگ متعلق به کلاس گسترده روش‌های سینترینگ به کمک میدان الکتریکی است. در این روش یک میدان الکتریکی مستقیماً به بدنه سرامیکی اعمال می‌شود که تحت این میدان، جریان الکتریکی از بدنه عبور خواهد کرد. در ترکیب مناسبی از دما و میدان الکتریکی ماده در زمانی بسیار کوتاه در حد چند ثانیه تا چند دقیقه متراکم خواهد شد. در مقایسه با روش‌های مرسوم سینترینگ و حتی روش‌های جدید سینترینگ تحت میدان مانند SPS و سینترینگ به کمک مایکروویو، فلاش سینترینگ در دماها و زمان‌های بسیار کمتری انجام می‌گیرد و انرژی مصرفی برای سینترینگ را شدیداً کاهش می‌دهد. تا کنون گروه‌های مختلفی اقدام به مطالعه فرایند فلاش سینترینگ بر روی مواد مختلف از قبیل هادی‌های یونی [۶]، هادی‌های پروتونی [۷]، اکسیدهای هادی الکترون [۸]، سرامیک‌های سنتی [۹] و نیمه هادی‌های کووالانت [۱۰] نموده‌اند. اکثر تحقیقاتی که تا به امروز انجام گرفته است در حوزه‌های زیر انجام شده است:

۱- گسترش حوزه مواد به منظور شناسایی کاربردهای ممکن

۲- اندازه‌گیری‌های دقیق شرایطی که تحت آن فلاش سینترینگ رخ می‌دهد به منظور جمع آوری شواهدی برای مکانیزم‌های دخیل.

۳- تغییر در چیدمان آزمایش برای بررسی دیگر رژیم‌هایی که در آنها استفاده از جریان الکتریکی در سرامیک‌ها می‌تواند مفید باشد.

تا کنون تحقیقات کمی در مورد ریزساختار و خواص سرامیک‌های سینتر شده با این روش گزارش شده است. از آنجا که بدنه‌های زیرکونیایی خصوصاً 8YSZ به عنوان الکترولیت جامد در پیل‌های سوختی اکسید جامد، الکترولایزرهای اکسید جامد و سنسورهای اکسیژن کاربرد دارند و در همه این کاربردها چگالی بالای بدنه از اهمیت بسیاری برخوردار است لذا در پژوهش حاضر سینترینگ بدنه‌های زیرکونیایی تحت شرایط مختلف با استفاده از فرایند فلاش سینترینگ مورد مطالعه قرار گرفته است و تاثیر پارامترهای مختلف فرایند بر خصوصیات نمونه حاصل بررسی شده است.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-06]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.5.5]

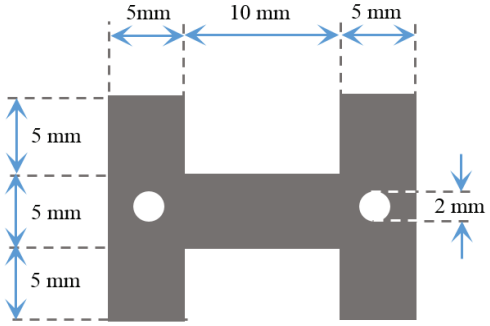
۲- فعالیت‌های تجربی

به منظور ساخت بدنه‌های خام از روش ریخته‌گری نواری استفاده شد. ترکیب دوغاب به کار رفته برای ریخته‌گری نواری در جدول ۱ نشان داده شده است. پس از اختلاط مواد تشکیل دهنده دوغاب توسط بالمیل، دوغاب حاصل با استفاده از دستگاه ریخته‌گری نواری طراحی و ساخته شده در آزمایشگاه به نوارهایی با ضخامت ۵۰۰ میکرومتر تبدیل شدند.

نمونه‌های استخوان سگی مطابق شکل ۱ از این نوارها بریده و پس از فرایند بایندر زدایی (مطابق چرخه دمایی نشان داده شده در شکل ۲) تحت فرایند فلاش سینترینگ قرار گرفتند. شمای پیکربندی مورد استفاده برای انجام فرایند فلاش سینترینگ در شکل ۳ نشان داده شده است. از منبع تغذیه (پایا پژوهش پارس EPS universal-) با توان ۵۰۰ وات برای تامین ولتاژ و جریان مورد نیاز استفاده شد. پس از اتصال سیم‌های پلاتین به نمونه و اعمال خمیر اتصال، نمونه‌ها داخل کوره تیوبی قرار گرفتند و با نرخ ۵ درجه سلسیوس بر دقیقه حرارت داده شدند تا به دمای مورد نظر برسند. نمونه‌ها به مدت نیم ساعت در دمای مورد نظر نگه داشته شده و سپس ولتاژ اولیه توسط منبع تغذیه به نمونه اعمال گردید. با شروع فرایند فلاش سینترینگ نمونه‌ها ۳۰ ثانیه تحت شرایط فلاش نگه داشته شده و سپس جریان نمونه قطع گردید. در حین انجام فرایند از یک دوربین CCD برای بررسی فرایند استفاده شد. نمونه‌ها تحت شرایط مختلف جریان، دما و خمیر اتصال مورد بررسی قرار گرفتند. چگالی نمونه‌های حاصل با استفاده از روش ارشمیدس و ریزساختار نمونه‌های حاصل با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (TESCAN-VEGAII) مورد بررسی قرار گرفت.

جدول ۱- مواد اولیه به کار رفته به منظور ساخت دوغاب ریخته‌گری نواری

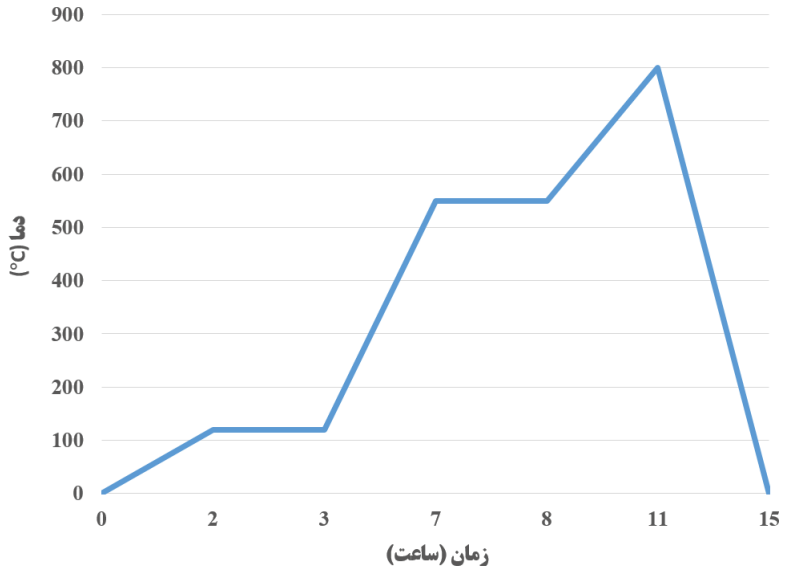
نام ماده	نقش ماده در دوغاب	شرکت سازنده ماده	درصد وزنی
8YSZ	ماده جامد	Tosoh	۵۱
Ethanol	حلال	Merck	۲۱
Toluen	حلال	Merck	۱۷
Terpineol	پراکنده ساز	Merck	۱
BBP	پلاستی‌سایزر	Sigma Aldrich	۵
PVB	چسب	Sigma Aldrich	۵



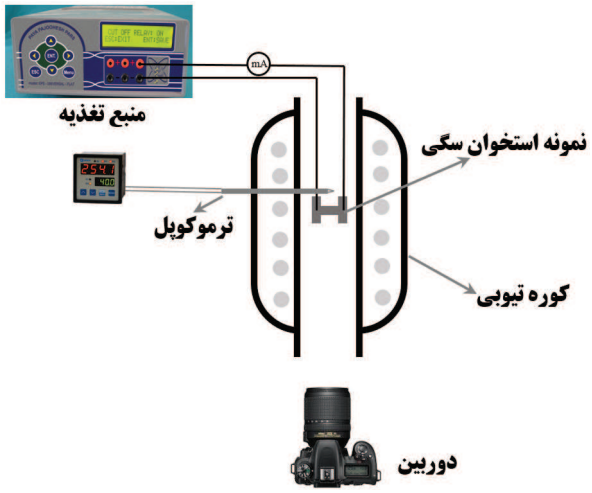
شکل ۱- هندسه نمونه استخوان سگی مورد استفاده

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-06]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.5.5]



شکل ۲- چرخه دمایی بایندر زدایی



شکل ۳- شمایی از پیکر بندی مورد استفاده برای فرایند فلاش سینترینگ

۳- نتایج و بحث

به منظور بررسی تاثیر متغیرهای فرایند فلاش سینترینگ بر خواص نمونه 8YSZ، نمونه‌ها در دماهای مختلف و جریانهای مختلف با استفاده از خمیر اتصال پلاتین و LSM تحت فرایند فلاش سینترینگ قرار گرفتند. در جدول ۲ شرایط به کار رفته برای فلاش سینترینگ هر نمونه نشان داده شده است.

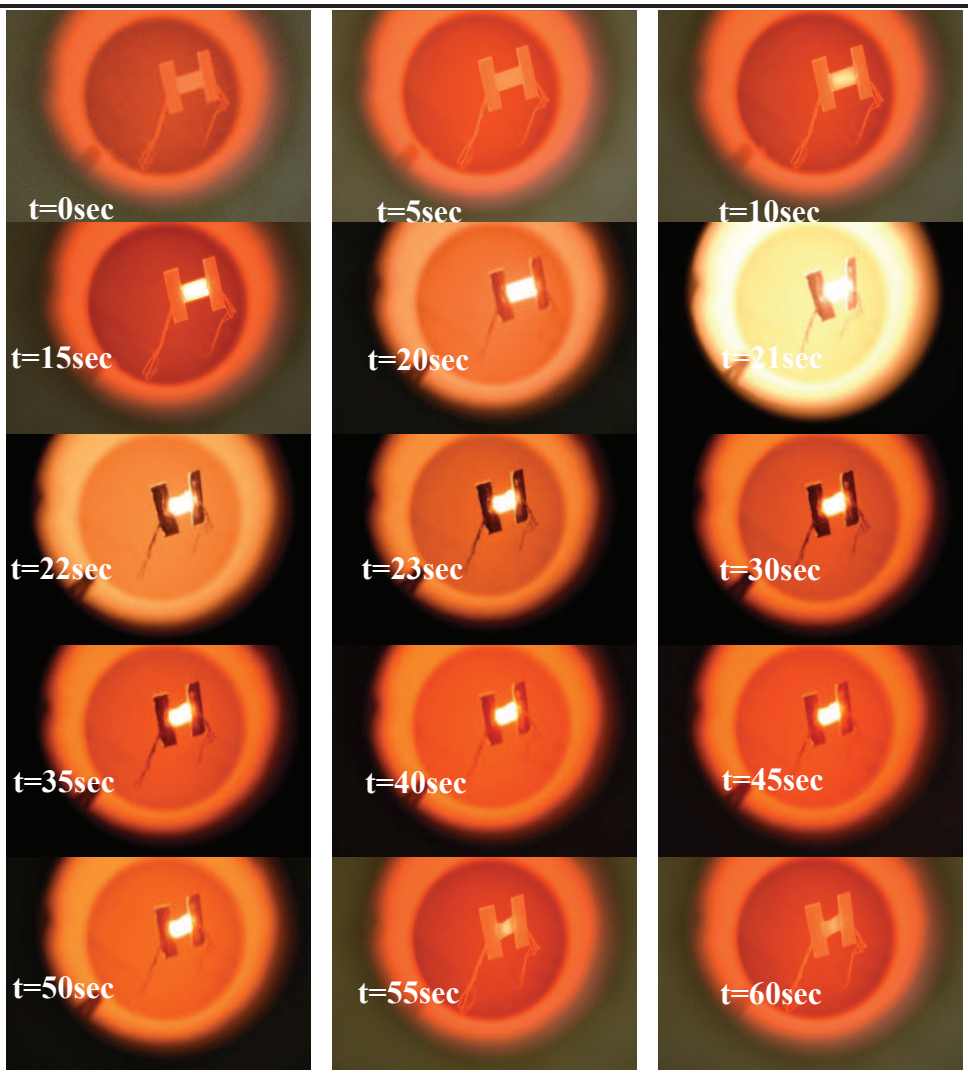
با اتصال نمونه به منبع تغذیه مشاهده شد که جریان عبوری از نمونه شروع به افزایش کرده و بعد از چند ثانیه به حداکثر مقدار خود می‌رسد که به صورت ساطع شدن نوری بسیار درخشان در نمونه خود را نشان می‌دهد (شکل ۴). در این حالت نمونه سینتر شده و کاهش اندازه در ابعاد نمونه به وضوح قابل مشاهده است (شکل ۵).

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-06]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.5.5]

جدول ۲- شرایط به کار رفته برای فلاش سینترینگ نمونه‌های مختلف

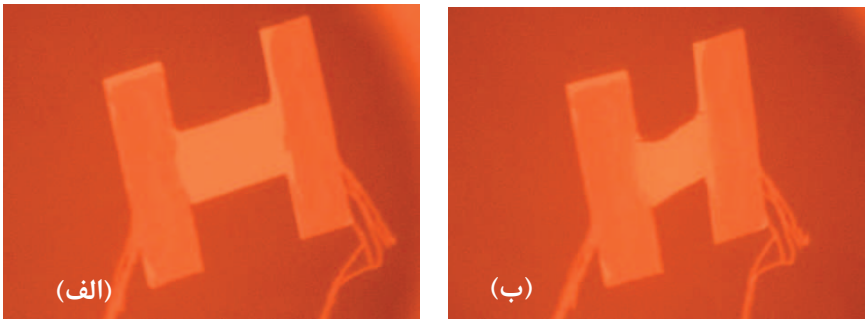
نام نمونه	شدت میدان الکتریکی اولیه (V/cm)	دما (°C)	چگالی جریان فلاش (mA/mm^2)	نوع خمیر اتصال
100V-150mA-800	۱۰۰	۸۰۰	۶۰	Pt
100V-400mA-800	۱۰۰	۸۰۰	۱۶۰	Pt
100V-275mA-800	۱۰۰	۸۰۰	۱۱۰	Pt
100V-275mA-900	۱۰۰	۹۰۰	۱۱۰	Pt
100V-275mA-700	۱۰۰	۷۰۰	۱۱۰	Pt
100V-275mA-800-LSM	۱۰۰	۸۰۰	۱۱۰	LSM
100V-400mA-800-LSM	۱۰۰	۸۰۰	۱۶۰	LSM



شکل ۴- تصاویر نمونه تحت فرایند فلاش سینترینگ؛ ثانیه ۵ ولتاژ به نمونه اعمال شده است، ثانیه ۲۰ پدیده فلاش آغاز شده است، از ثانیه ۵۰ جریان قطع شده است.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-06]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.5.5]



شکل ۵- نمونه الف) قبل و ب) بعد از فرایند فلاش سینترینگ

اندازه‌گیری چگالی نمونه‌ها نشان داد که با استفاده از فرایند فلاش سینترینگ امکان دستیابی به چگالی حدود ۹۵ درصد چگالی تئوری در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس در مدت زمان ۳۰ ثانیه وجود دارد. در حالیکه چرخه سینترینگ پیشنهادی شرکت تولید کننده پودر 8YSZ، ۴ ساعت نگهداری در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس است. نتایج حاکی از آن بود که در یک چگالی جریان معین افزایش دمای کوره منجر به افزایش چگالی نمونه سینتر شده خواهد شد و نرخ افزایش چگالی با افزایش دما بیشتر خواهد شد (شکل۶). در یک دمای معین افزایش چگالی جریان فلاش منجر به افزایش چگالی نمونه خواهد شد (شکل ۷).

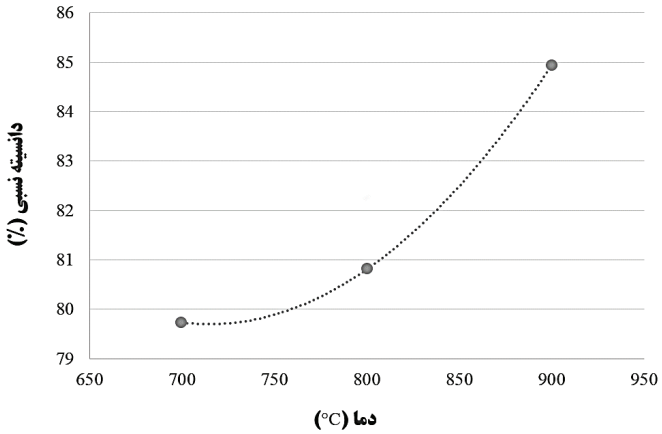
همچنین نتایج نشان داد که خمیر اتصال تاثیر قابل توجهی بر چگالی نمونه سینتر شده دارد و هر چه چگالی جریان فلاش پایین‌تر باشد این اثر قابل توجه‌تر است. چگالی نمونه سینتر شده تحت چگالی جریان $110 mA/mm^2$ در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس با استفاده از خمیر اتصال LSM چگالی بالاتری نسبت به نمونه مشابه با خمیر اتصال پلاتین از خود نشان داد. (شکل ۸). اگرچه اختلاف چگالی در چگالی جریان $160 mA/mm^2$ چندان چشمگیر نیست اما به دلیل اکتیویته بالای پلاتین برای احیای اکسیژن، جذب اجزای حاوی اکسیژن بر روی فصل مشترک پلاتین- زیرکونیا باعث می‌شود تا واکنش احیای اکسیژن به دلیل محدود شدن مکان‌های فعال کاهش یابد [۱۱]. در چگالی جریان‌های بالا به دلیل انتقال یون‌های اکسیژن مکان‌های فعال مجدد در دسترس قرار می‌گیرند در حالیکه در چگالی جریان‌های پایین این امر با نرخ بسیار کمتری رخ می‌دهد. اما در مورد LSM به دلیل ماهیت هدایت مخلوط، واکنش در تمام حجم LSM قابلیت انجام دارد لذا محدودیت مکان‌های فعال کمتری وجود دارد. افزایش نرخ واکنش احیای اکسیژن به افزایش جریان عبور کننده از نمونه منجر می‌شود لذا در چگالی جریان‌های کمتر که نرخ احیای اکسیژن بر روی پلاتین کمتر است اختلاف چگالی نمونه‌های با خمیر اتصال پلاتین و LSM، بیشتر است.

بررسی ریزساختار نمونه‌ها با استفاده از SEM نیز نشان داد که علی‌رغم دمای پایین و زمان کوتاه فرایند فلاش سینترینگ، نمونه‌ها به خوبی متراکم شده‌اند (شکل ۹).

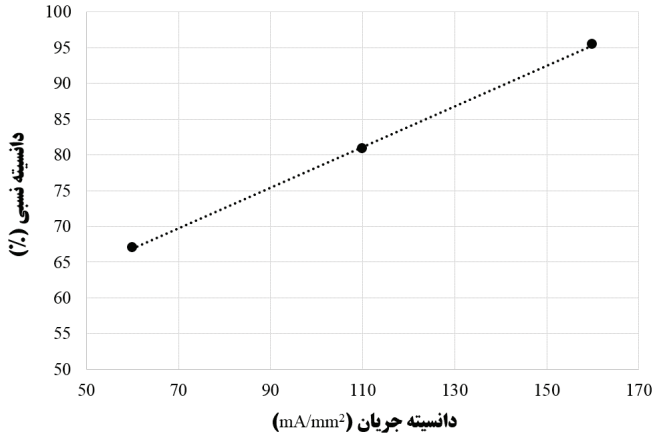
با مقایسه نتایج حاصل از این پژوهش با نتایج گزارش شده در مراجع که با روش‌های دیگر به مطالعه سینترینگ 8YSZ پرداخته‌اند (جدول ۳) مشخص می‌شود که روش فلاش سینترینگ در دماهای بسیار پایینتر و زمان‌های به مراتب کوتاه‌تر این توانایی را دارد که بدنه‌ای با چگالی بیش از ۹۵ درصد تولید نماید.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-06]

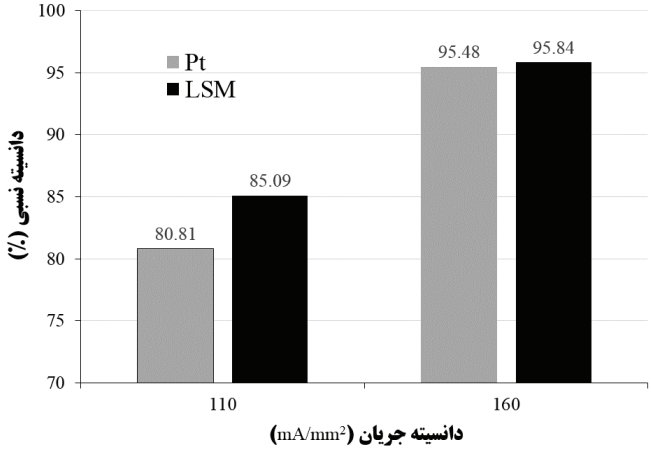
[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.5.5]



شکل ۶- تاثیر دما بر چگالی نمونه‌های سینتر شده تحت شدت میدان ۱۰۰V/cm و چگالی جریان ۱۱۰mA/mm^2 با استفاده از خمیر اتصال پلاتین



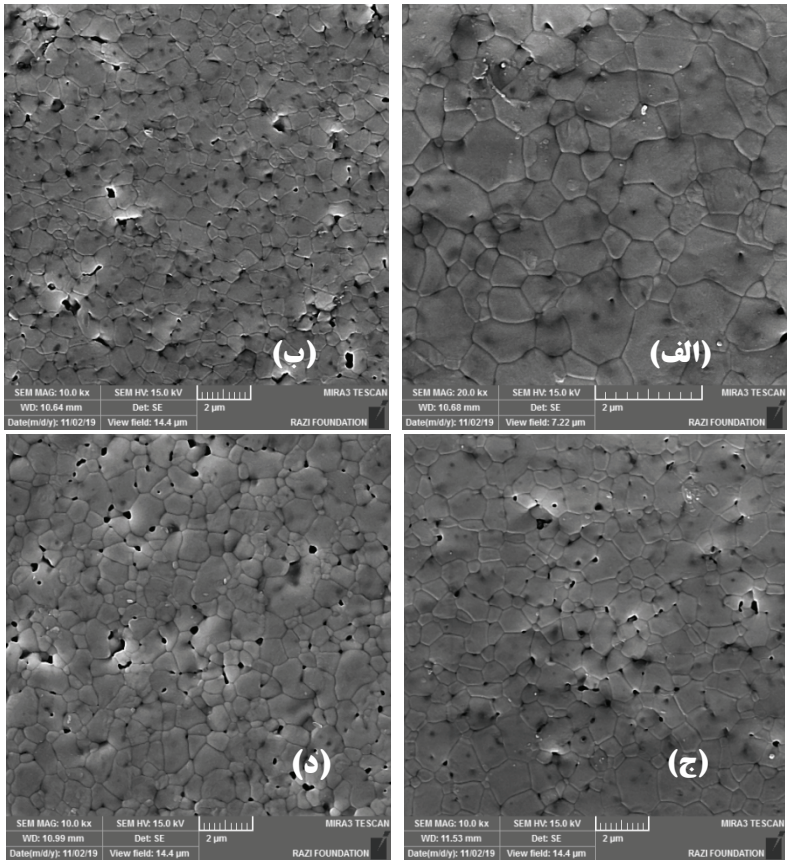
شکل ۷- تاثیر چگالی جریان بر چگالی نمونه‌های سینتر شده تحت شدت میدان ۱۰۰V/cm در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس با استفاده از خمیر اتصال پلاتین



شکل ۸- تاثیر نوع خمیر اتصال بر چگالی نمونه‌های سینتر شده در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس تحت چگالی جریان فلاش مختلف

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-06]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.5.5]



شکل ۹- تصویر SEM از نمونه‌های فلاش سینتر شده در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۳۰ ثانیه:
الف) چگالی جریان $160\ mA/mm^2$ خمیر LSM، ب) چگالی جریان $60\ mA/mm^2$ خمیر LSM،
ج) چگالی جریان $110\ mA/mm^2$ خمیر LSM، د) چگالی جریان $110\ mA/mm^2$ خمیر Pt.

جدول ۳- مقایسه چگالی 8YSZ سینتر شده به روش فلاش سینترینگ در تحقیق حاضر و دیگر روش‌های سینترینگ.

روش سینترینگ	شرایط سینترینگ	دمای سینترینگ (°C)	زمان سینترینگ	چگالی نسبی (٪)	مرجع
فلاش سینترینگ	چگالی جریان $160\ mA/mm^2$ شدت میدان $100\ V/cm$	۸۰۰	۳۰ ثانیه	۹۵/۸	-
سینترینگ مرسوم	-	۱۵۰۰	۱۲ ساعت	۹۷/۴	۱۲
پرس داغ	فشار ۲۵MPa	۱۲۵۰	۳ ساعت	۹۷	۱۲
سینترینگ پلاسمای جرقه‌ای	فشار ۷۰MPa	۱۲۰۰	۵ دقیقه	۹۷/۳	۱۲
سینترینگ به کمک مایکروویو	توان ۱kW، فرکانس ۲/۵GHz	۱۲۰۰	۵ دقیقه	۹۵/۸	۱۳

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-06]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.5.5]

۴- نتیجه‌گیری

روش فلاش سینترینگ روشی بسیار مناسب برای سینتر کردن بدنه‌های زیرکونیایی (8YSZ) در دماهای پایین و زمان‌های کوتاه است. در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس و با استفاده از چگالی جریان ۱۶۰ mA/mm^2 در زمان ۳۰ ثانیه می‌توان به ۹۵ درصد چگالی تئوری 8YSZ دست یافت؛ در حالیکه در روش‌های مرسوم سینترینگ به دمای حداقل ۱۴۰۰ درجه سلسیوس و زمان حدود ۴ ساعت برای دستیابی به چگالی مشابه نیاز است. همچنین نتایج نشان دادند که چگالی جریان و دما اثر مستقیم بر چگالی نهایی نمونه خواهند داشت. استفاده از خمیر اتصال دهنده LSM نیز در مقایسه با خمیر پلاتین خصوصا در در چگالی جریان‌های کمتر منجر به حصول چگالی بالاتر شد.

مراجع

[1] M. N. Rahaman, "Ceramic processing and sintering", Marcel Dekker, New York, USA, 1996.

[2] European Comission, "Reference Document on Best Available Techniques in the Ceramic Manufacturing Industry", pp. 210–211, 2007

[3] M. Tokita, "Recent and future progress on advanced ceramics sintering by Spark Plasma Sintering", Nanotechnologies in Russia, Vol. 10, pp. 261–267, 2015

[4] V G Karayannis, "Microwave sintering of ceramic materials", IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering, Vol. 161, pp. 012068, 2016

[5] E. Zapata-Solvas , D. Gómez-García, A. Domínguez-Rodríguez & R. I. Todd, "Ultra-fast and energy-efficient sintering of ceramics by electric current concentration", Scientific Reports, Vol. 5, pp. 8513, 2015

[6] M. Cologna, B. Rashkova, R. Raj, "Flash sintering of nanograin zirconia in <5 s at 850°C", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 93, pp. 3556–3559, 2010

[7] R. Muccillo, E.N.S. Muccillo, M. Kleitz, "Densification and enhancement of the grainboundary conductivity of gadolinium-doped barium cerate by ultra-fast flash grain welding", J. Eur. Ceram. Soc., Vol. 32, pp. 2311–2316, 2012

[8] A. L. G. Prette, M. Cologna, V. Sglavo, R. Raj, "Flash-sintering of Co_2MnO_4 spinel for solid oxide fuel cell applications", J. Power Sources, Vol. 196, pp. 2061–2065, 2011

[9] F. Trombin, R. Raj, "Developing processing maps for implementing flash sintering into manufacture of whiteware ceramics", Am. Ceram. Soc. Bull., Vol. 93, pp. 32–35, 2014

[10] E. Zapata-Solvas, S. Bonilla, P.R. Wilshaw, R.I. Todd, Preliminary, "investigation of flash sintering of SiC". J. Eur. Ceram. Soc., Vol. 33, pp. 2811–2816, 2013

[11] N. NagataY. Horie T. UchiyamaK. YamamotoH. TanidaN. Takao, "Temperature Dependence of the Oxygen Reduction Reaction Activity and Local Structural Analysis of Pt/C Catalyst", 233rd ECS Meeting, Seattle, May 13-17, 2018

[12] P. Dahl, I. Kaus, Z. Zhao, M. Johnsson, M. Nygren, K. Wiik, T. Grande, M.-A. Einarsrud, "Densification and properties of zirconia prepared by three different sintering techniques", Ceramics International, Vol. 33, pp. 1603–1610, 2007

[13] A. Borrell, M. D. Salvador, F. L. Penaranda-Foix, J. M. Catala-Civera, "Microwave Sintering of Zirconia Materials: Mechanical and Microstructural Properties", Int. J. Appl. Ceram. Technol., Vol. 10, pp. 313-320, 2013

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-06]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.5.5]