

## سنتز و سینتر درجای اسپینل شفاف آلومینات منیزیم نانوساختار با روش سینتر جرقه پلاسمای واکنشی

رضا ایران خواه\*، محمدرضا رحیمی پور، محمد ذاکری و منصور رضوی

پژوهشکده سرامیک، پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۶/۱۰/۱۲، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۷/۰۱/۱۸، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۷/۰۲/۰۵

### چکیده

در این پژوهش سرامیک شفاف اسپینل آلومینات منیزیم نانوساختار بدون هیچ گونه کمک سینتر با استفاده از مواد اولیه نانوسایز آلومینا و منیزیم دارای خلوص متفاوت به روش سینتر جرقه پلاسمای واکنشی در دمای  $1250^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱۰ min سنتز و سینتر درجا شد. تراکم، ریزساختار و خواص اپتیکی نمونه‌های تهیه شده مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که با افزایش خلوص مواد اولیه، میزان عبور اپتیکی افزایش یافته و میزان آن در عدد موج  $2130\text{ cm}^{-1}$  برابر با ۵۵ درصد بدست آمد.

**واژه‌های کلیدی:** اسپینل آلومینات منیزیم، سینتر جرقه پلاسمای سرامیک شفاف.

### ۱- مقدمه

شفافی که بتوانند در شرایط مختلف مورد استفاده قرار گیرند، مورد نیاز است [۱]. برخی از مواد تک کریستال به عنوان مواد شفاف جدید معرفی شده‌اند که در مقایسه با مواد شفاف مرسوم دارای معایب ذکر شده فوق نبوده اما فرآیند رشد دادن این تک کریستال‌ها گران قیمت است [۱]. علاوه بر این ماشینکاری تک کریستال‌ها نیز مشکل بوده و همچنین تولید آنها در مقیاس انبوه یکی دیگر از مشکلات استفاده از این مواد می‌باشد. بنابراین توسعه سرامیک‌های پلی کریستال شفاف که دارای مزایای متعددی نسبت به تک کریستال‌ها می‌باشند، اهمیت فراوانی دارد. از جمله این

مواد شفاف اپتیکی مرسوم شامل شیشه‌ها و پلیمرها می‌باشند. این مواد دارای خواص مکانیکی نسبتاً ضعیفی بوده و در بعضی از مواقع دارای پایداری فیزیکی و شیمیایی مناسبی نمی‌باشند. علاوه بر این، مواد شفاف مرسوم در بازه طول موج امواج مادون قرمز دارای جذب قوی بوده که باعث شده تا کاربرد این مواد در این بازه از طیف الکترومغناطیس محدود شود. همچنین، این مواد عموماً در دماهای بالا کارایی ندارند. در نتیجه بسط و توسعه مواد

\* عهده‌دار مکاتبات: رضا ایران خواه

نشانی: کرج، پژوهشگاه مواد و انرژی، پژوهشکده سرامیک، صندوق پستی: ۳۱۶-۳۱۷۸۷

تلفن: ۰۲۶-۳۶۲۸۰۴۰، دورنگار: ۰۲۶-۳۶۲۰۱۸۸۸، پست الکترونیکی: r.irankhah@gmail.com

در برابر عبور امواج UV تا IR متوسط ( $0.2$  تا  $5.0 \mu\text{m}$ ) شفاف است. ترکیبی از خواص اپتیکی و مکانیکی خوب نظیر استحکام بالا، سختی و مقاومت به فرسایش بالا و عبور عالی (شفافیت) در طول موج‌های IR متوسط و UV-Vis باعث شده تا از اسپینل آلومینات منیزیم به عنوان یک ماده شفاف سرامیکی برجسته در لنت‌ها، پنجره‌های مادون قرمز (IR)، پنجره‌های محافظ در سفینه‌های فضایی، کشتی‌ها و سنسورهای IR زیردریایی و کلاهک‌های موشک استفاده شود [۷].

تاکنون تحقیقاتی همچون تاثیر پیش پرس بر سینتر اسپینل [۸]، تاثیر افزودنی‌های کمک سینتر بر خواص اپتیکی آن [۵]، تاثیر سرعت گرمایش بر میزان عبور [۹] و تاثیر فشارهای اعمالی بالا بر ریزساختار، سختی و شفافیت اسپینل [۱۰] مورد تحقیق قرار گرفته‌اند. بر اساس مطالعات صورت گرفته توسط نویسندگان این پژوهش، تاکنون مطالعاتی در زمینه تاثیر بررسی خلوص مواد اولیه روی سنتز و سینتر درجای سرامیک شفاف اسپینل آلومینات منیزیم با روش سینتر جرقه پلازما واکنشی انجام نشده است. بنابراین هدف از انجام این پژوهش بررسی سنتز و سینتر واکنشی اسپینل آلومینات منیزیم به صورت همزمان با استفاده از مواد اولیه پودری شکل آلومینا و منیزیای نانوذر و همچنین تاثیر خلوص مواد اولیه بر میزان عبور اپتیکی می‌باشد.

## ۲- فعالیت‌های تجربی

مواد اولیه مورد استفاده در این پژوهش، جهت سنتز و سینتر اسپینل شفاف، شامل آلومینا با خلوص ۹۹/۹ درصد و منیزیا با خلوص تاثیرهای متفاوت با کدهای a، b و c می‌باشند. ویژگی‌های این مواد در جدول ۱ آورده شده است. به منظور دستیابی به یک ترکیب یکنواخت، پودرهای اولیه با نسبت ۵۰-۵۰ درصد مولی (برای سنتز ۱۴ اسپینل مقادیر آلومینا و منیزیا به ترتیب برابر با ۱۰/۰۴ و ۳/۹۶ g) وزن و سپس این دو پودر در دستگاه آسیاب در محیط اتانول مخلوط

مزایا می‌توان به ارزان بودن، تولید در مقیاس انبوه، کنترل اندازه و شکل و همچنین دارا بودن خواص مکانیکی بهتر اشاره نمود [۱]. امروزه استفاده از فناوری امواج مادون قرمز در صنعت گسترش یافته و توسعه مواد عبور دهنده امواج مادون قرمز از ملزومات این فناوری می‌باشند [۲]. پنجره‌های اپتیکی که بتوانند امواج مادون قرمز را به خوبی عبور داده و همزمان خواص مکانیکی و حرارتی عالی داشته باشند، کاربردهای فراوانی دارند [۳]. برخی از سرامیک‌های شفاف مورد استفاده در این زمینه شامل آلومینا، ایتریا، منیزیا، گارنت آلومینیم-ایتریم، اسپینل آلومینات منیزیم و اکسی نترید آلومینیم می‌باشند [۴]. با توجه به نیاز صنایع مختلف کشور و عدم تولید این پنجره‌ها در ایران، پژوهش و مطالعه و همچنین ساخت و تولید این قطعات لازم به نظر می‌رسد. به منظور کسب میزان بالایی از عبور امواج مادون قرمز از یک سرامیک شفاف، بایستی پراکندگی امواج الکترومغناطیسی عبوری از نمونه دارای کمترین مقدار خود بوده که لازمه آن حذف تداخل از ساختار و دستیابی به چگالی بالا می‌باشد. همچنین برای ساخت یک سرامیک شفاف، بایستی از مواد دارای خلوص بسیار بالا به منظور جلوگیری از حذف احتمالی هرگونه ناخالصی و حضور فازهای ثانویه در مرزخانه‌ها، استفاده نمود [۱، ۵]. بنابراین در سینتر این مواد، رسیدن به چگالی بالا (Full Density) بایستی مد نظر قرار گرفته و بنابراین روش سینتر برای دستیابی به این اهداف از اهمیت زیادی برخوردار است [۶]. سینتر جرقه پلازما (SPS: Spark Plasma Sintering) یکی از روش‌های جدید دما پایین و زمان کوتاه در تهیه مواد با چگالی بالا و همچنین سرامیک‌های ریزدانه شفاف است. زمان فرآیند سینتر در این روش بدلیل همزمان بودن شکل‌دهی و سینتر در یک مرحله، کوتاه است. از طرف دیگر یکنواختی قطعات ساخته شده با این روش مناسب بوده و دستیابی به چگالی‌های بالا، که از جمله ملزومات قطعات سرامیکی شفاف است [۱]. ساختار کریستالی اسپینل آلومینات منیزیم از نظر اپتیکی همسانگرد بوده و این ماده

جدول ۱: مشخصات مواد اولیه مورد استفاده در این تحقیق.

ماده اولیه	شرکت تولید کننده	میانگین اندازه ذرات	خلوص (درصد)
MgO (a)	MgO صنعتی	کمتر از ۶۰ nm	۹۸
MgO (b)	Merck-(105862)	کمتر از ۱ μm	۹۸-۹۹/۹
MgO (c)	US Research Nanomaterials Inc-(1309-48-4)	۲۰ nm	۹۹/۹
α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	US Research Nanomaterials, Inc-(1309-48-4)	۵۰ nm	۹۹/۹

جدول ۲: کد نمونه‌ها و مشخصات پودرهای اولیه آلومینا و منیزیا.

نوع پودرهای اولیه مورد استفاده	کد نمونه
α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> & MgO (a)	A
α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> & MgO (b)	B
α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> & MgO (c)	C

دستگاه FTIR استفاده شد که قابلیت اندازه گیری میزان عبور در محدوده طول موج‌های بین ۲۵ - ۲/۵ (محدوده عدد موج  $4000-400 \text{ cm}^{-1}$ ) را دارد. از آنالیز پراش اشعه ایکس برای بررسی‌های فازی نمونه‌های سنتز و سینتر شده استفاده شد. دستگاه XRD مورد استفاده در این روش Philips PW3710، ساخت کشور هلند بوده که تارگت آن از جنس مس با طول موج  $1.54 \text{ \AA}$  می‌باشد. جهت تعیین نوع فازها و بررسی پیک‌های شناسایی شده، از نرم‌افزار X'Pert High Score Plus استفاده شد. به منظور تهیه تصاویر از سطح نمونه و آنالیز شیمیایی از میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی ((MIRA3 TESCAN) (FESEM) استفاده شد.

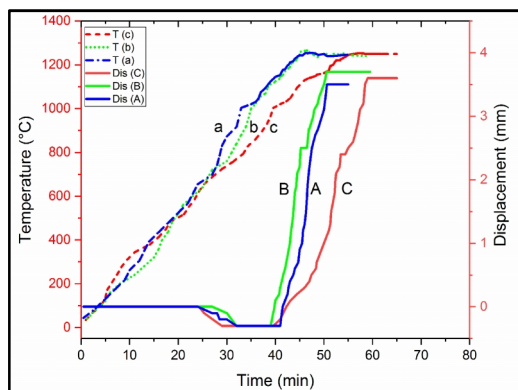
### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- سنتز و سینتر مخلوط پودر توسط SPS

پس از اختلاط پودر آلومینا و منیزیا، به منظور تهیه بدنه‌های اسپینل MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>، پودرها در دستگاه SPS تحت حرارت همراه با فشار قرار داده شدند. رفتار سنتز و سینتر نمونه‌ها در حین گرمایش با استفاده از ثبت متغیرهای زمان، دما و تغییرات انبساط و انقباض نمونه مشخص می‌شود. در شکل ۱ نمودار تغییرات جابجایی و دمای نمونه بر حسب زمان که در مدت زمان ماندگاری ۱۰ min سینتر شده‌اند، نشان داده شده است. شایان ذکر است که تغییرات جابجایی در جهت مثبت نمودار به معنای انقباض و در جهت منفی به معنای انبساط قطعه است. همانطور که در شکل ۱ مشخص است، در این نمونه‌ها تا قبل از دمای تقریبی  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  تغییری در جابجایی

شدند. مخلوط حاصله در دمای  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$  به مدت ۲ ساعت خشک و سپس برای سنتز و سینتر اسپینل، مورد استفاده قرار گرفت. کد نمونه‌ها و همچنین نوع پودرهای به کار رفته در جدول ۲ آورده شده است. به منظور تهیه بدنه‌های اسپینل MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>، پودرها در دستگاه سینتر جرقه پلاسما (ساخت شرکت EASYFASHION کشور چین) تحت حرارت همراه با فشار قرار داده شدند. مخلوط پودر در داخل قالب دستگاه SPS قرار داده شد و فرآیند سینتر در دمای  $1250 \text{ }^\circ\text{C}$  به مدت ۱۰ min انجام شد. دستگاه در مد کنترل دستی تنظیم و فشار اعمالی در ابتدا ۲۰ MPa به نمونه اعمال و در بیشترین دما تا ۹۰ MPa افزایش یافت. رفتار سنتز و سینتر نمونه‌ها در حین گرمایش با استفاده از ثبت متغیرهای زمان، دما و تغییرات انبساط و انقباض نمونه مشخص می‌شود. هر کدام از نمونه‌ها پس از اعمال فشار ۹۰ MPa به مدت ۱۰ min در دمای نهایی نگهداری شدند.

برای مطالعه چگالی قطعات سینتر شده از روش ارشمیدس طبق استاندارد ASTM C20 استفاده شد. برای اندازه گیری میزان عبور امواج مادون قرمز (طیف عبوری) قطعات از



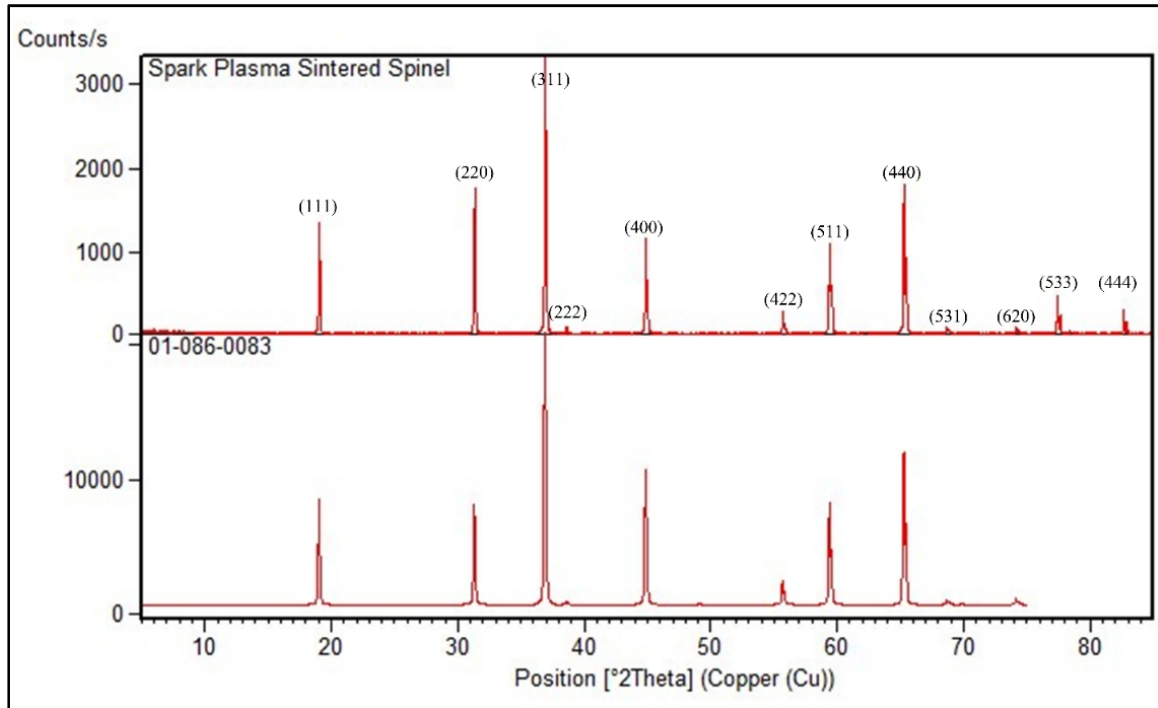
شکل ۱: نمودارهای جابجایی-دما-زمان نمونه‌های اسپینل SPS شده (Dis: جابجایی و T: دما).

با توجه به شکل ۱ مشاهده می‌شود که می‌توان جهت تفسیر رفتار سینترینگ اسپینل سه مرحله را از یکدیگر متمایز نمود. در مرحله اول با عبور جریان از نمونه و قالب، تغییری در جابجایی اتفاق نمی‌افتد و فقط گرم شدن پودر و قالب به طور همزمان انجام می‌شود. در مرحله دوم با گذشت زمان و به دنبال آن افزایش دما، مشاهده می‌شود که نمودار جابجایی به سمت منفی محور حرکت کرده و در حقیقت انبساطی در نمونه اتفاق می‌افتد. این انبساط را می‌توان به فرآیند بازآرایی ذرات و سنتز اسپینل نسبت داد. در مرحله سوم با ادامه فرآیند گرمایش، انقباض نمونه رخ داده و نمودار جابجایی در جهت مثبت محور حرکت کرده و در حقیقت افزایش چگالی نمونه اتفاق خواهد افتاد. افزایش انقباض ناشی از به هم فشردن ذرات پودری و همچنین اعمال فشار بر نمونه می‌باشد. در انتهای فرآیند نیز جابجایی ثابت بوده و هیچ گونه تغییری نداشته است.

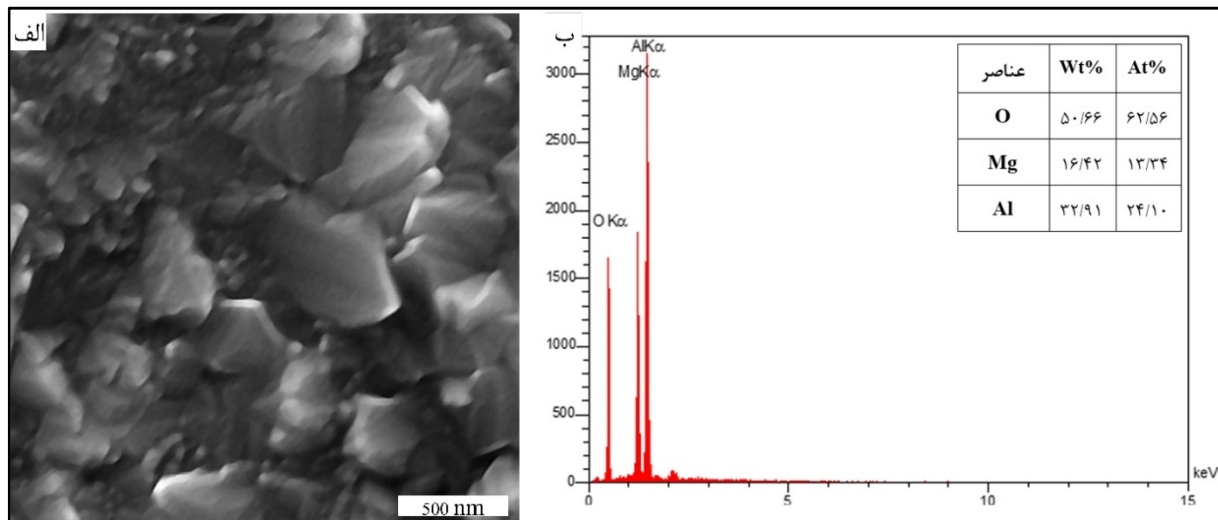
### ۳-۲- بررسی خواص نمونه‌های اسپینل

چگالی ظاهری نمونه‌های اسپینل تهیه شده با جرقه پلاسما با استفاده از روش ارشمیدس اندازه‌گیری شد. اعداد چگالی اندازه‌گیری شده برای نمونه‌های A، B و C به ترتیب برابر با ۳/۵۵، ۳/۵۶ و ۳/۵۸ g/cm<sup>3</sup> می‌باشند. اعداد چگالی نزدیک به یکدیگر بوده و تفاوت چندانی بین آنها وجود ندارد.

دیده نشده است. با افزایش دما یک جابجایی ناگهانی در نمونه‌ها مشاهده می‌شود که بیانگر شروع سنتز در نمونه‌ها است. در واقع شروع سنتز نمونه‌ها با واکنش منیزیا و آلومینا اتفاق افتاده و افزایش حجم در طی سینتر مرتبط با اختلاف حجم بین سلول‌های واحد مواد اولیه با اسپینل می‌باشد. در طی سنتز و تشکیل فاز اسپینل انبساط حجمی بین ۵ تا ۷ درصد گزارش شده است [۱۱]. با افزایش دما میزان جابجایی به صورت تدریجی افزایش یافته و مشخص است که در دمای ماندگاری تغییری در جابجایی رخ نداده است. انبساط حجمی اسپینل حدود ۸ درصد در حین تشکیل از آلومینا و منیزیا طی واکنش سینترینگ تک مرحله‌ای از عوامل عدم دستیابی به چگالی بالا ذکر شده و برای دستیابی به چگالی بالا حرارت‌دهی دو مرحله‌ای پیشنهاد شده که هزینه‌بر است [۱۲]. با استفاده از روش سینتر جرقه پلاسما و استفاده از عامل فشار بعد از انبساط که عمدتاً بیشتر سنتز در این مرحله اتفاق می‌افتد، می‌توان به چگالی‌های بالایی دست یافت که این یکی از مزایای روش SPS می‌باشد. همانطور که ذکر شد در تحقیق حاضر نمونه‌ها ابتدا تحت فشار اولیه ۲۰ MPa قرار گرفته و سپس فشار اعمالی در دمای سینتر به میزان ۹۰ MPa افزایش داده شد. بررسی‌ها نشان داده است که پیش‌پرس نمودن نمونه‌ها بر خواص آن تاثیر خواهد گذاشت. تاثیر پیش‌پرس بر سینتر MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> با روش سینتر جرقه پلاسما در فشارهای اولیه (پیش‌پرس) ۵ تا ۱۰۰ MPa و در دمای سینتر ۱۳۰۰ °C به مدت ۳ min بررسی شده است. نتایج نشان داد که دستیابی به یک شفافیت مناسب، نیازمند استفاده از فشارهای اعمالی اولیه کمتر از ۲۰ MPa می‌باشد. نمونه سینتر شده در فشار ۵ MPa در طول موج ۵۵۰ nm دارای میزان عبور ۵۱ درصد بوده است [۸]. نتایج میزان عبور داخلی در تحقیق حاضر نشان داد که نمونه سینتر شده در دمای ۱۲۵۰ °C به مدت ۱۰ min و با فشار اولیه ۲۰ MPa دارای میزان عبور ۵۵ درصد در بازه امواج مادون قرمز (طول موج ۴/۷ μm) می‌باشد.



شکل ۲: آنالیز اشعه ایکس از نمونه اسپینل تهیه شده با روش SPS (الگوی مرجع در زیر الگوی اصلی جهت مقایسه).



شکل ۳: الف) ریزساختار نمونه اسپینل و ب) آنالیز عنصری EDS.

آن توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی در شکل ۳ نشان داده شده است. نتایج آنالیز عنصری وجود عناصر اکسیژن، منیزیم و آلومینیم در اسپینل  $MgAl_2O_4$  را تایید می‌نماید. میانگین اندازه دانه‌های این نمونه تقریباً ۳۲۰ nm بوده و این نشان می‌دهد که روش SPS بدلیل زمان سینتر کم روشی بسیار کارآمد در حفظ ساختار نانومتری سرامیک‌ها می‌باشد.

الگوی پراش اشعه ایکس از نمونه اسپینل تهیه شده با روش سینتر واکنشی SPS در دمای  $1250^\circ C$  (نمونه با کد C) به همراه الگوی مرجع آن در شکل ۲ آورده شده است. همانطور که در این شکل مشخص است، تمامی پیک‌ها مربوط به فاز اسپینل بوده و اثری از مواد اولیه واکنش نداده وجود ندارد. همچنین ریزساختار این نمونه و آنالیز عنصری

این تحقیق امکان‌سنجی سنتز اسپینل در دماهای ۹۰۰ تا ۱۶۰۰ °C با سرعت گرمایش ۲۰۰ °C/min و زمان نگهداری ۳۰ min با فشار ۲۰ kN انجام شد. تعدادی از نمونه‌های پیش پرس شده با فشار ۲/۶ MPa نیز در دماهای مشابه در کوره معمولی سینتر شدند. سرعت تشکیل و چگالش اسپینل در حضور افزودنی LiF، که در ۹۰۰ °C شروع به تشکیل شده و تا ۱۱۰۰ °C کامل می‌شود، افزایش یافته و همچنین میزان عبور تقریبی در طول موج ۴۰۰ nm برابر با ۶۴ درصد و در طول موج ۸۰۰ تا ۷۸ درصد گزارش شد [۱۳]. همچنین از افزودنی LiF به عنوان کمک سینتر در تهیه اسپینل به روش پرس داغ استفاده شده است. بیشترین میزان عبور در طول موج ۱۱۰۰ nm به میزان ۷۰ درصد در بازه طول موج‌های مرئی گزارش شده است [۱۴]. مطالعه تاثیر پارامترهای SPS و افزودنی LiF بر خواص مکانیکی و اپتیکی اسپینل پلی کریستال با تاکید بر اندازه دانه نشان داد که سینتر در دمای ۱۳۰۰ °C منجر به تهیه نمونه‌ای با اندازه دانه ۰/۴-۰/۶ μm شده که دارای خواص مکانیکی ۱۶۰۰ HV و ۳۰۰ MPa شده است. با استفاده از افزودنی مقدار اندازه دانه تا ۴۰ μm افزایش یافته و سختی و استحکام آن به ترتیب ۱۴۵۰ HV و ۱۵۰ MPa کاهش یافت. میزان عبور نمونه‌های دوپ شده در طول موج ۵۰۰ nm برابر با ۸۰ درصد گزارش شد. دمای سینتر در این تحقیق ۱۳۰۰ °C تا ۱۵۰۰ °C و فشار اعمالی ۶۳ تا ۹۵ MPa بوده است [۱۵]. در تحقیقی دیگر نانوپودر اسپینل آلومینات منیزیم با روش جرقه پلازما در دمای ۱۳۰۰ °C سینتر شد. میزان عبور ۷۲/۶ درصد در طول موج ۵۵۵ nm و سختی ۱۸/۵۲ GPa توسط این محققین گزارش شد [۱۶]. Sokol و همکارانش تاثیر فشارهای بسیار بالا تا ۴۰۰ MPa را بر ریزساختار، سختی و شفافیت نمونه اسپینل آلومینات منیزیم بررسی نمودند. در این تحقیق پودر اسپینل در دماهای ۱۱۵۰ °C تا ۱۳۰۰ °C با سرعت گرمایش ۵ تا ۵۰ °C/min و زمان نگهداری ۲ تا ۳۰ min در فشار اعمالی ۱۵۰ تا ۴۰۰ MPa سینتر جرقه پلازما شد. نتایج نشان داد که میزان عبور با افزایش فشار اعمالی افزایش یافته، در حالی که

مرزدانه، تخلخل، فازهای ثانویه، سطوح زبر سطحی و خلوص پایین مواد اولیه از جمله عوامل موثر بر پراکندگی نور در یک ماده سرامیکی پلی کریستال شفاف می‌باشند. اختلاف خواص بین مرزدانه و داخل دانه بر شفافیت یک ماده پلی کریستال تاثیر خواهد گذاشت. برای ساخت یک سرامیک شفاف، بایستی از مواد دارای خلوص بسیار بالا، به منظور جلوگیری از حذف احتمالی هرگونه ناخالصی و حضور فازهای ثانویه در مرزدانه‌ها، استفاده نمود [۱]. در شکل ۴ میزان عبور در بازه عدد موج‌های ۴۰۰ تا ۴۰۰۰ cm<sup>-1</sup> برای نمونه‌های اسپینلی A، B و C نشان داده شده است. از آنجائیکه شرایط فرآیند تهیه این سه نمونه تقریباً مشابه با یکدیگر بوده است، لذا می‌توان مقدار عبور این نمونه‌ها را به خلوص آنها (خلوص ماده اولیه منیزیا) نسبت داد. بیشترین میزان عبور در نمونه C در عدد موج حدود ۲۱۳۰ cm<sup>-1</sup> برابر با ۵۵ درصد می‌باشد. تصویر این نمونه که بر روی نوشته‌ای از اسپینل قرار داده شده، در شکل ۵ نشان داده شده است.

تاکنون تحقیقات متعددی در مورد تاثیر پارامترهای مختلف بر میزان عبور اپتیکی نمونه‌های اسپینل گزارش شده است اما تاثیر خلوص مواد اولیه پودری شکل در تهیه نمونه‌های اسپینل با روش SPS تاکنون مورد تحقیق قرار نگرفته است. برای مقایسه داده‌های حاصل از نتایج سایر محققین با نتایج تحقیق حاضر به برخی از این موارد اشاره خواهد شد. نتایج تاثیر سرعت گرمایش بر میزان عبور سرامیک اسپینل با استفاده از پودر تجاری اسپینل با روش سینتر جرقه پلازما در فشار ۸۰ MPa در دمای ۱۳۰۰ °C به مدت ۲۰ min که با سرعت‌های مختلف گرمایش سینتر و سپس در دمای ۱۱۵۰ °C به مدت ۱۰ min آتیل شده بود نشان داد که در سرعت‌های گرمایش پایین تر (کمتر از ۱۰ °C/min) بدلیل کاهش تخلخل بیشتر، شفافیت و استحکام سرامیک بالاتر خواهد رفت. میزان عبور داخلی گزارش شده در طول موج ۵۵۰ nm به ۴۷ درصد رسید [۹]. تاثیر افزودنی LiF بر چگالش و خواص اپتیکی اسپینل تهیه شده با استفاده از مخلوط آلومینا-منیزیا با روش جرقه پلازما بررسی شد. در

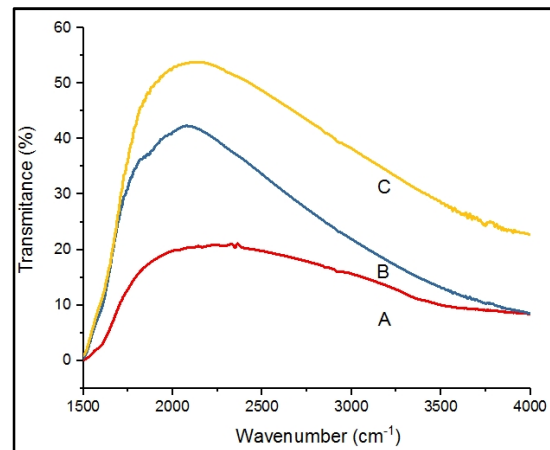
بنابراین به طور کلی نمی توان نتایج میزان عبور در تحقیق حاضر را با نتایج سایر محققین مورد مقایسه قرار داد زیرا شرایط فرآیندی تهیه نمونه ها و همچنین مشخصات مواد اولیه متفاوت بوده و بنابراین می توان تنها به طور کلی داده های حاضر را با سایر کارهای محققین مقایسه نمود.

#### ۴- نتیجه گیری

سنتز و سینتر همزمان اسپینل آلومینات منیزیم شفاف نانوساختار بدون استفاده از مواد کمک سینتر توسط جرقه پلاسما واکنشی با استفاده از مواد اولیه آلومینا و منیزیوم نانواندازه مورد بررسی قرار گرفت. تاثیر خلوص مواد اولیه روی میزان عبور اپتیکی نمونه های اسپینل تهیه شده بررسی و نتایج نشان داد که نمونه تهیه شده با مواد اولیه آلومینا و منیزیوم نانواندازه و با خلوص ۹۹/۹ درصد دارای بیشترین میزان عبور و برابر با ۵۵ درصد در عدد موج  $2130 \text{ cm}^{-1}$  (طول موج  $4.7 \mu\text{m}$ ) می باشد.

#### مراجع

- [1] S.F. Wang, J.Z. Luo, F. Gu, D.Y. Tang, Z.L. Dong, G.E. Tan, W.X. Que, T.S. Zhang, S. Li, L.B. Kong, *Progress in Solid State Chemistry*, **12**, 2012, 115.
- [2] Q. Lu, *Optical Materials*, **36**, 2014, 1289.
- [3] Y. M. Gupta, DTIC Document, 2007.
- [4] P. Hogan, DTIC Document, 2004.
- [5] N. Frage, *Journal of Materials Science*, **42**, 2007, 3273.
- [6] H. Sun, *Ceramics International*, **40**, 2014, 10211.
- [7] L.B. Kong, "Transparent Ceramic Materials", Springer International Publishing, Switzerland, 2015.
- [8] C. Wang, Z. Zhao, *Scripta Materialia*, **61**, 2009, 193.
- [9] K. Morita, *Scripta Materialia*, **58**, 2008, 1114.
- [10] M. Sokol, *Journal of the European Ceramic Society*, **34**, 2014, 4305.
- [11] L.R. Ping, T.W. Dung, *Materials Research Bulletin*, **36**, 2001, 217.
- [12] I. Ganesh, *International Materials Reviews*, **58**, 2013, 63.
- [13] S. Meir, *Journal of the American Ceramic Society*, **92**, 2009, 358.
- [14] L. Esposito, A. Piancastelli, S. Martelli, *Journal of the European Ceramic Society*, **33**, 2013, 737.
- [15] A. Rothman, *International Journal of Applied Ceramic Technology*, **11**, 2014, 146.
- [16] O. Khasanov, *Physica status solidi (c)*, **10**, 2013, 918.



شکل ۴: میزان عبور در بازه عدد موج  $400 \text{ تا } 4000 \text{ cm}^{-1}$  برای نمونه های اسپینل تهیه شده با SPS.



شکل ۵: تصویر نمونه دیسکی شکل سرامیک شفاف اسپینل تهیه شده با SPS.

میزان سختی آن کاهش می یابد. ترکیب بهینه خواص اپتیکی و مکانیکی در نمونه سینتر شده در دمای  $1200^\circ\text{C}$  با سرعت گرمایش  $5^\circ\text{C}/\text{min}$ ، فشار اعمالی  $350$  تا  $400 \text{ MPa}$  و زمان نگهداری  $15 \text{ min}$  بوده و میزان سختی گزارش شده در این تحقیق  $1640 \text{ HV}$  بوده است [۱۰]. سختی نمونه مورد بررسی در تحقیق حاضر نشان داد که میزان آن  $2040 \text{ HV}$  بوده که نسبت به اعداد گزارش شده بسیار بالاتر می باشد. همانطور که مشاهده می شود با کاهش اندازه دانه اسپینل میزان سختی به شدت افزایش یافته است.