



# اثر مقدار و اندازه دانه فاز ثانویه بر ریزساختار نانوکامپوزیت مولایت/سیلیکون کاربید تهیه شده به روش سینتر دو مرحلهای

سید سعید میرزایی\*، اسماعیل صلاحی و تورج عبادزاده

کرج، پژوهشگاه مواد و انرژی، پژوهشکده سرامیک

تاريخ ثبت اوليه: ١٣٩١/٠٥/٠١، تاريخ دريافت نسخه اصلاح شده: ١٣٩١/٠٨/٠٥، تاريخ پذيرش قطعي: ١٣٩١/١١/١٩

#### چکیدہ

کامپوزیت مولایت- سیلیکون کاربید با استفاده از فرآیند سینتر دو مرحلهای برای دستیابی به چگالی بالا و رشد دانـه پایین تهیـه شـده است. بدین منظور از سیلیکون کاربید نـانومتری و میکرومتـری بـا ۵ و ۱۰ درصـد وزنـی جهـت بررسـی تـاثیر درصـد و انـدازه دانـه فـاز تقویت کننده بر ریزساختار کامپوزیت مورد نظر استفاده شده است. فاز تقویت کننده با سازوکار زنـر (Zener) از رشـد دانـههـای مولایـت جلوگیری میکند. با استفاده از سیلیکون کاربید نانومتری میتوان به اندازه دانه پایینتری دست یافت. در عین حال افزایش چگالی قطعات به نسبت سیلیکون کاربید میکرومتری دشوارتر است. همچنین افزایش درصد سیلیکون کاربید از ۵ به ۱۰ درصد وزنی، علیرغم جلوگیری از رشد دانه، مانع رسیدن کامپوزیت به چگالی بالا میشود.

واژههای کلیدی: سینتر دومرحلهای، مولایت، سیلیکون کاربید، ریزساختار.

#### ۱– مقدمه

سرامیکها به دلیل خواص خود از قبیل چگالی کم، پایداری در دمای بالا و مقاومت شیمیایی، دارای کاربردهای گستردهای میباشند. اما چقرمگی پایین آنها، همواره یکی از مشکلاتی است که موارد استفاده آنها را محدود می کند. به همین علت تحقیقات زیادی به منظور بهبود قابلیت اطمینان سرامیکها انجام شده است [۳–۱]. تهیه کامپوزیتها به دلیل بهبود خواص مکانیکی و ویژگیهای ریزساختاری سرامیکها، در دهههای اخیر مورد توجه محققیق قرار گرفته است [۵،۴]. چقرمگی کامپوزیتها به دو صورت حضور فاز تقویت کننده با

چقرمگی بالا و یا با اضافه شدن مکانیزمهای چقرمگی، مثل انحراف ترک، میکروترک و غیره افزایش مییابد. حالت اول عموما مربوط به کامپوزیتهای سرامیک – فلز مانند کامپوزیتهای آلومینا – مس و آلومینا – نیکل میباشد [۱۰–۶] و حالت دوم را در تعداد زیادی از کامپوزیتهای سرامیک – سرامیک مثل کامپوزیتهای آلومینا – زیرکونیا و مولایت – سیلیکون کاربید [۱۳–۱۱] میتوان مشاهده کرد. انتخاب فاز تقویت کننده در تهیه و خواص کامپوزیتها حیاتی است. سازگاری شیمیایی و نطابق ضریب انبساط حرارتی بین فازهای زمینه و تقویت کننده و مورفولوژی (بشقابی، ویسکر یا ذرمای) فاز تقویت کننده بر خواص نهایی کامپوزیت تاثیر می گذارد

<sup>&</sup>lt;sup>\*</sup> **عهدهدار مکاتبات**: سید سعید میرزایی

**نشانی**: کرج، مشکین دشت، پژوهشگاه مواد و انرژی

تلفن: ۶۲۸۰۰۴۶– ۰۲۶۳، دورنگار: ۶۲۸۰۰۴۶– ۰۲۶۳، پست الکترونیکی: mirzaee@merc.ac.ir

[14-10]. به هر حال، تهیه کامپوزیتهای متراکم با مشـکلات زیـادی همـراه اسـت. از آنجاییکـه فازهـای تقويت كننده عموما كاربيدها، نيتريدها و بوريدها می باشند، متراکم کردن آنها از جمله مشکلات فرآیند است. از مسائل دیگر میتوان به توزیع یکنواخت فاز تقويت كننده اشاره كرد. آگلومراسيون فاز تقويت كننده موجب کاهش روند متراکم شدن شده و خواص کامپوزیت را شدیدا تخریب می کند [۱۶]. مشکلات فرآیند با کاهش اندازه فاز تقویت کننده بیشتر می شود، چرا که تمایل به آگلومراسیون در پودرهای میکرومتری و نانومتری افزایش مى يابد [١٧]. مولايت با توجه به خواص مكانيكي دما بالا و مقاومت شیمیایی فوق العاده، یک ماده مهم در زمینه سرامیکهای مهندسی محسوب میشود. با این حال، خواص مکانیکی دما پایین آن تبدیل به یک گلوگاه جهت محدود کردن کاربردهای آن در زمینه های مختلف شده است [۲۲–۱۷]. سیلیکون کاربید یکی از موادی است که به دليل استحكام دما بالا، مقاومت اكسيداسيون خوب، مقاومت به شوک حرارتی و سختی بالا، به طور وسیع مورد استفاده قرار می گیرد. از آنجا که ضریب انبساط حرارتی مولایت و سیلیکون کاربید بسیار نزدیک به یک دیگر است (°C) =۵/۴×۱۰<sup>-۶</sup> هولایت، ۲۰<sup>/ ۴</sup>-۴/۷×۱۰<sup>-۶</sup> سیلیکون کاربید)، می توان از سیلیکون کاربید جهت بهبود خواص مولايت استفاده كرد [۲۳،۲۴]. اين بهبود خواص را می توان به تغییرات ریز ساختاری (اصلاح ریز ساختار [۲۵]، توزيع سايز عيوب [٢۶])، استحكام مرزدانه-سطح مشــترک [۲۹–۲۷] و یـا مکـانیزمهـای شکسـت در نانوكاميوزيتها [٣٢-٣٠] نسبت داد. غالبا كاميوزيتهاي سرامیک- سیلیکون کاربید توسط فرآیند سینتر کردن همراه با فشار (پرس گرم یا پرس ایزواستاتیک گرم) [۲۵] متراکم می شوند که نیازمند تجهیزات خاص و صرف هزینه بالا است. روشهای دیگر سینتر کردن بدون حضور فشار شامل افزودن كمك سينترها [٣٢]، سينتر واكنشي [٣٣] و یا فرآیند نوین سینتر دومرحلهای [۳۴] میباشد. در فرآیند سینتر دو مرحلهای، با در نظر گرفتن تفاوت سینتیک نفوذ مرزدانه و مهاجرت مرزدانه، از رشد دانـه در مراحل انتهایی فرآیند سینتر کردن جلوگیری مے شود. بنابراین می توان به کامپوزیتی با چگالی بالا و اندازه دانه

پایین دست پیدا کرد. در تحقیق حاضر از سیلیکون کاربید نانومتری و میکرومتری جهت بررسی اثر اندازه و درصد فاز ثانویه سیلیکون کاربید بر ریزساختار کامپوزیت مولایت-سیلیکون کاربید تهیه شده به روش سینتر دو مرحلهای استفاده شده است.

## ۲- فعالیتهای تجربی

#### ۲-۱- مواد اوليه

مواد اولیه شامل مواد زیر میباشد: اســــتون صـــنعتی، نیتــرات آلومینیـــوم ۹ آبـــه Art میاره Merck و وزن مولکولی ۲۷۵/۱۳ گرم بر ۱/۰۱۰۶۳ خلوص ۸۹/۸٪ و وزن مولکولی ۳۷۵/۱۳ گرم بر مول)، سیلیس نـانومتری (SiO) (محصول Merck به مول)، سیلیس نـانومتری (SiO) (محصول ۸۰/۰۸ گرم بر مول)، سیلیکون کاربید نـانومتری (SiC) (محصول الماره PL-HK-SiC-5g و زن مولکولی ۵/۰۸ کرم بر مول)، سیلیکون کاربید نـانومتری (SiC) (محصول الیونی و زن مولکولی ۲۰/۱ گرم بر مول، انـدازه ذرات ۲۰ ایرانی لوازم و تجهیزات آبکاری و پرداخت) بـا انـدازه ذرات زیر ۳ میکرون، محلول آبی آمونیاک ۲۵٪ (NH<sub>3</sub>) (محصول محصول ایم آمونیاک ۲۵٪ (۲۵۰) (محصول محصول آب دیونیزه برای تهیه محلول اولیه و همچنین شستشـوی آب دیونیزه برای تهیه محلول اولیه و همچنین شستشـوی

#### ۲-۲- سنتز مولايت

به منظور تهیه نانوذرات مولایت از روش سل – ژل استفاده گردید. بدین ترتیب که ابتدا مقداری نیترات آلومینیوم ۹ آبه با وزن مشخص در آب مقطر حل شد. سپس سیلیس با توجـه بـه نسـبت اسـتوکیومتری تشـکیل مولایـت (203.2SiO2) به محلول فـوق اضافه شـد. بـه منظـور تشکیل ژل، سوسپانسیون فوق بر روی همـزن مغناطیسی دارای هیتر قرار گرفت و محلول آمونیاک برای افزایش PH سوسپانسیون، قطره به آن افزوده شد. با تنظیم دمای مای مدود ۸-۷=PH ساختار سوسپانسیون به ژل تبـدیل شـد. ژل بدست آمده به مدت ۲۴ ساعت تحت فرآیند پیرسازی

R

قرار گرفته و سپس چندین بار با آب مقطر جهت خروج نیترات آمونیوم حاصل از واکنش زیر که به صورت محلول وجود دارد، شسته شد.

#### $Al(NO_3)_3 + 3NH_4OH \rightarrow Al(OH)_3 \downarrow + 3NH_3NO_{3(aq)}$ (1)

ژل شستشو شده، بعد از فیلتر شدن، به منظور خشک شدن درون خشک کن با دمای C° ۸۰ قرار گرفت و به مدت ۲۴ ساعت در آن دما جهت خروج کامل آب باقی ماند. ژل بدست آمده در این مرحله به منظور بررسی رفتار حرارتی در حین خروج مواد فرار و همچنین تغییر و تحولات ناشی از تشکیل کریستالیت های مولایت، مورد آزمایش آنالیز حرارتی همزمان در محدوده دمایی صفر تا °C ۱۴۰۰ قرار گرفت. آزمایش آنالیز حرارتی همزمان (STA) با دستگاه PL1640 انجام شد. سرعت گرم کردن ۵ درجه بر دقیقه در نظر گرفته شد. بدین ترتیب به طور همزمان نمودارهای TG و DTA رسم گردید. در ادامه، پودر بدست آمده در دماهای مختلف سینتر شده و تشکیل فاز مولایت توسط آزمایشات پراش اشعه ایکس با دستگاه مدل Unisantis XMD30 و زاویه پراش ۱۰ تـا ۸۰ درجـه انجام گرفت. همچنین به منظور بررسی اندازه دانههای يودر مولايت بدست آمده، از ميكروسكوپ الكتروني روبشي مـدل Philips XL30 اسـتفاده شـد. جهـت آمـادهسازى نمونهها برای تصویربرداری، سوسپانسیونی از آنها در محیط استون آماده شد و سپس تحت التراسونیک به منظور باز شدن کامل دانهها از یکدیگر قرار گرفت. در نهایت یک قطعه از سوسپانسیون فوق بر روی جا نمونهای دستگاه قرار گرفت و با استفاده از یونهای طلا نمونهها یوشش داده شده و آماده تصویربرداری شدند.

## ۲-۳- ســنتز نانوکامپوزیــت مولایــت- ســیلیکون کاربید

فرآیند سنتز پودر مولایت شکل ۱ نشان داده شده است. در این مرحله جهت تهیه کامپوزیت مولایت، ۵ و ۱۰ درصد وزنی سیلیکون کاربید، از دو نوع سیلیکون کاربید با اندازه ذرات نانومتری و میکرومتری استفاده شد و به پودر مولایت بدست آمده از مرحله قبل اضافه شد. به منظور

همگن شدن هر چه بیشتر مواد اولیه، سوسپانسیونی از مخلوط پودری کامپوزیت در محیط استون به مدت ۲۴ ساعت بالمیل تر شد.



شكل ۱: فلوچارت فرآيند سنتز كامپوزيت مولايت- سيليكون كاربيد.

در نهایت سوسپانسیون بدست آمده جهت خشک کردن و خروج استون روی همزن مغناطیسی با دمای C° ۵۰ قرار گرفت. پودر کامپوزیت بدست آمده در این مرحله به صورت قرص با قطر ۲۵ تحت پرس تک محوره با فشار ۵۵ مگاپاسکال قرار گرفته و به منظور دستیابی به بالاترین دانسیته خام با فشار ۱۸۰ مگاپاسکال پرس ایزواستاتیک سرد شد. قرصهای بدست آمده جهت انجام فرآیند سینتر دو مرحلهای تحت دماهای مختلف قرار گرفتند.

### (T<sub>1</sub>) تعیین دمای اولیه سینتر (T

در فرآیند سینتر دو مرحلهای، انتخاب دمای اولیه سینتر بسیار حائز اهمیت است. دو فاکتوری که برای این منظور مورد استفاده قرار می گیرند چگالی و اندازه ذرات میباشد. بنابراین بهینه دمای اولیه به دمایی اطلاق می شود که در آن دما نمونه ها چگالی حدود ۸۰ تا ۸۵ درصد چگالی تئوری و کمترین رشد دانه را نسبت به شرایط بعد از سینتر داشته باشند. بدین ترتیب برای تعیین دمای اولیه، قرص های پرس شده نانوکامپوزیت مولایت سیلیکون کاربید در ۳ دمای ۱۵۰۰، ۱۵۵۰ و ۲۰ ۲۰۰۰ حرارت داده

شده و به محض رسیدن دمای کوره به دمای مورد نظر، کوره خاموش و نمونهها سرد شدند. برای بررسی شرایط بهینه مورد نظر از روش غوط هوری ارشمیدس برای محاسبه چگالی و از میکروسکوپ الکترونی روبشی برای محاسبه اندازه دانهها استفاده شد.

در روش غوط وری ارش میدس با داشتن وزن خشک نمون ها، نمون ها به مدت ۵ ساعت در آب در حال جوشیدن قرار داده شده و سپس به مدت ۲۴ ساعت ماندگاری در آن، وزن اشباع و وزن غوط وری با وسایل مربوطه اندازه گیری شده و با استفاده از فرمول زیر دانسیته آنها محاسبه می شود:

(۲) ۱۰۰×[(وزن غوطهوری-وزن اشباع)/(وزن خشک)] = چگالی

#### (T<sub>2</sub>) تعیین دمای ثانویه سینتر (T<sub>2</sub>)

پس از اتمام مرحله اول سینتر و یافتن دمای T<sub>1</sub>، نمونهها به ترتیب در دماهای ۵۰، ۱۰۰ و C° ۱۵۰ زیر دمای اولیه در مدت زمان های ۴ و ۸ ساعت حرارت داده شدند و با بررسی دانسیته و اندازه دانهها، شرایط بهینه دما و زمان سینتر کامپوزیت تعیین شد.

## ۳- نتایج و بحث

ЛR

## ۳-۱- مطالعات آنالیز حرارتی همزمان مولایت

نتایج آنالیز حرارتی همزمان نمونه پودر خشک شده مخلوط ژل پایه آلومینا و پودر نانو سیلیس در دمای محیط تا دمای C° ۱۴۰۰ در شکل ۲ نشان داده شده است. همانطور که ملاحظه میشود، اولین کاهش وزن در محدوده دمایی C° ۲۵۰–۱۰۰ به صورت یک واکنش گرماگیر قابل شناسایی میباشد. این کاهش وزن در منحنی TG و رخ دادن واکنش گرماگیر بر روی منحنی موجود در ساختار ژل و خروج سایر مواد فرار نظیر یونهای نیترات نسبت داد. این کاهش وزن طبق منحنی TG در حدود ۲۰٪ میباشد. دومین تغییر قابل تشخیص بر روی نمودار آنالیز حرارتی همزمان مربوط به محدوده دمایی C° ۸۰۸ و وجود یک پیک گرمازا در دمای دمایی TG منحنی TG است. این تغییرات بر روی

منحنی DTA را می توان ناشی از ایجاد ساختار اسپینل همگن Al-Si دانست. پیک گرمازای دیگری که در منحنی در دمای C<sup>o</sup> ۱۱۷۰ مشاهده می شود ناشی از شروع کریستالیزاسیون فاز مولایت است.



ککل ۲. هودار انائیر خرارتی همرمان پودر محکوط شده رل پایه آلومینا و نانوسیلیس از دمای محیط تا دمای C°۰۱۴۰۰

۲-۳- بررسی الگوی پراش اشعه ایکس مولایت در شکل ۳ الگوی پراش اشعه ایکس نمونه کلسینه شده از مخلوط ژل پایه آلومینا و نانوسیلیس در دمای ۱۴۰۰ و ۵۲ ۱۵۰۰ در کوره به مدت ۲ ساعت مشاهده می شود.



شکل ۳: الگوهای XRD الگوی پراش اشعه ایکس ژل پایه آلومینا و نانوسیلیس کلسینه شده به مدت ۲ ساعت در دماهای الف) C° ۱۴۰۰ و ب) C۰ ۱۵۰۰

با توجه به این شکل، پودر اولیه خشک شده پس از انجام عملیات کلسیناسیون در دمای C° ۱۴۰۰ در درون کوره (شکل ۳-الف) به فازهای آلومینا و سیلیس و مولایت تبدیل شده است. فازهای آلفا آلومینا، سیلیس و مولایت به راحتی در کنار هم قابل شناسایی هستند. این امر

نشان دهنده آن است که فرآیند کریستالیزاسیون فاز مولایت انجام شده ولی دما به حدی نبوده است که این فرآیند به طور کامل انجام شود. به همین جهت برای کامل شدن فرآیند تشکیل مولایت به دمای بالاتری نیاز است. لذا عملیات حرارتی در دمای C° ۱۵۰۰ در کوره انجام شد. الگوی پراش اشعه ایکس مربوط به پودر کلسینه شده در دمای C° ۱۵۰۰ توسط کوره در شکل ۳-ب مشاهده می شود. با توجه به شکل ۳-ب مشاهده می شود که با افزایش دما از ۱۳۰۰ به C° ۱۵۰۰ فرآیند تشکیل مولایت به طور کامل انجام شده و تمامی فازهای سیلیس و آلومینا حذف شدهاند.

۳-۳- نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی مولایت به منظور بررسی اندازه دانههای پودر مولایت سنتز شده از ميكروسكوپ الكتروني روبشي استفاده شد.







(ب) شكل ۴: تصاوير ميكروسكوپ الكتروني روبشي، الف) نانوپودر مولایت سنتز شده در دمای C° ۱۴۰۰ و ب) نانوپودر مولایت سنتز شده در دمای C° ۱۵۰۰.

شکلهای ۴-الف و ۴-ب به ترتیب تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مربوط به مولایت سنتز شده در دماهای

۱۴۰۰ و C° ۱۵۰۰ به مدت ۲ ساعت را نشان میده. با توجه به شکلهای ۴-الف و ۴-ب مشاهده می شود که مولایت سنتز شده دارای ابعادی در حد nm میباشد. مولایت سنتز شده در دمای C° ۱۵۰۰ دارای اندازه ذراتی در حدود ۱۰۰ تا ۲۰۰ nm بوده، در حالیکه مولایت سنتز شده در دمای C° ۱۴۰۰ دارای توزیع اندازه ذرات ریزتری بوده و متوسط آن در حدود ۵۰ nm تا ۱۰۰ است. بنابراین ملاحظه می شود که با افزایش دما رشد دانها در حال افزایش است.

## ۴-۴ نتایج دمای اولیه و ثانویه فر آیند سینتر دو مرحلهاي

با قرار دادن نمونهها در دماهای مختلف، دمای C° ۱۶۰۰ به عنوان دمای اولیه سینتر در نظر گرفته شد که چگالی نمونهها در این دما در حدود ۸۵–۸۰ درصد چگالی تئوری محاسبه شد. شرایط دمایی و زمان نگهداری در دمای ثانویه مورد استفاده برای سینتر دو مرحلهای کامپوزیت مولایت-۵ درصد وزنی سیلیکون کاربید در جدول ۱ نمایش داده شده است.

عدول ۱: شرایط فرآیند سینتر دو مرحلهای (MS5N4: کامپوزیت
مولایت-۵ درصد وزنی سیلیکون کاربید نانومتری که ۴ ساعت
د. دوام بثانونه سينتي نگودارم شده است)

در دمای ناتویه سینتر تجهداری سده است).	
نمونه	شرايط فرآيند سينتر
MS5N4	$\$ $\$ $\$ $\$ $\$ $\$ $\$ $\$ $\$ $\$
	$\texttt{NF+°C/} \cdot h \to \texttt{NF} \bullet \texttt{°C/F} h$
	$\texttt{NF} \overset{\circ}{} C/ \overset{\cdot}{} h \rightarrow \texttt{N} \texttt{d} \overset{\circ}{} C/\texttt{f} h$
MS5N8	$\texttt{NF°C/-} h \rightarrow \texttt{NF°C/A} h$
	יאר יכ/ י $h \to$ ולטי יכ/ג h
	$\texttt{NF} \overset{\circ}{} C/ \overset{\cdot}{} h \rightarrow \texttt{N} \texttt{\Delta} \overset{\circ}{} C/\texttt{A} h$
MS5M4	$\texttt{NF} \overset{\circ}{} C/ \overset{\circ}{} h \rightarrow \texttt{NF} \overset{\circ}{} C/\texttt{F} h$
	$\texttt{NF+°C/} \cdot h \to \texttt{NF} \bullet \texttt{°C/F} h$
	$\texttt{NF} \overset{\circ}{} C/ \overset{\cdot}{} h \rightarrow \texttt{Na} \overset{\circ}{} C/\texttt{F} h$
MS5M8	$\texttt{NF°C/-} h \rightarrow \texttt{NF°C/A} h$
	$\gamma \cdot \cdot \circ C/\cdot h \rightarrow \gamma \cdot \circ C/\Lambda h$
	$\theta \cdot \cdot \circ C/\cdot h \rightarrow \delta \cdot \cdot \circ C/\Lambda h$

همین روند برای کامپوزیت مولایت-۱۰ درصد وزنی سیلیکون کاربید نیز تکرار شده است. چگالی نمونهها بعد

**JR** 

از فرآیند به روش غوطهوری ارشمیدس اندازه گیری شد که نتایج آن در شکلهای ۵ و ۶ نشان داده شده است. همانطور که در شکل ۵ نشان داده شده است، با استفاده از سیلیکون کاربید میکرومتری چگالی بالاتری بدست آمده است و همچنین مشاهده میشود که با افزایش دما و زمان ماندگاری، چگالی نمونهها افزایش پیدا کرده است که در مقایسه با شرایط سینتر معمولی در دمای پایینتری به مقایسه با شرایط سینتر معمولی در دمای پایینتری به رسیده است. این کمتر بودن اندازه دانه نهایی کامپوزیت، سینتر معمولی به دلیل شرایط سینتر دو مرحله ای و نبودن انرژی فعال سازی کافی در دسترس جهت مهاجرت مرزدانه است.



شکل ۵: نمودار اندازه دانه نمونههای کامپوزیت مولایت ۵ درصد وزنی سیلیکون کاربید برحسب چگالی نسبی.



شکل ۶ اندازه دانه بر حسب چگالی برای کامپوزیت مولایت-۱۰ درصد وزنی سیلیکون کاربید را نشان میدهد. با مقایسه شکلهای ۵ و ۶ میتوان مشاهده کرد که افزایش سیلیکون کاربید باعث کاهش رشد دانه شده و از متراکم شدن کامپوزیت نیز جلوگیری میکند. البته در هر دو حالت استفاده از سیلیکون کاربید نانومتری تاثیر

R

بیشتری بر ریزساختار داشته است. نتایج مربوط به اندازه دانه در قسمت میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد بحث قرار گرفته است.

۳–۵– نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی کامپوزیت مولایت سیلیکون کاربید تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی کامپوزیت مولایت– سیلیکون کاربید در شکل ۷ نشان داده شده است.





شکل ۷: تصاویر SEM، الف) کامپوزیت مولایت- سیلیکون کاربید نانومتری و ب) کامپوزیت مولایت/سیلیکون کاربید میکرومتری. چگالی نمونهها ۹۷ درصد چگالی تئوری است.

همانطور که در تصاویر مشخص است، در چگالی یکسان ۹۶٪، کامپوزیت حاوی سیلیکون کاربید نانومتری (شکل ۷-الف) رشد دانه کمتری به نسبت کامپوزیت حاوی سیلیکون کاربید میکرومتری (شکل ۷-ب) داشته است. این رشد کم را میتوان به توزیع بیشتر سیلیکون کاربید نانومتری در زمینه کامپوزیت نسبت داد که به دلیل اثر میخکوب کنندگی مرزدانهها (زنر)، منجر به رشد کمتری شده است. در شکل ۸ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونههای حاوی ۱۰ درصد وزنی استفاده از فاز تقویت کننده از رشد دانههای زمینه با سازوکار زنے جلوگیری مے کنے د. با استفادہ از ذرات سیلیکون کاربید نانومتری، کامپوزیت بدست آمده دارای اندازه دانه کوچکتر می باشد. در عین حال، دارای چگالی یایین تری نسبت به کامیوزیت حاوی ذرات سیلیکون کاربید میکرومتری مےباشد. همچنین افزایش درصد سيليكون كاربيد باعث كند شدن روند تراكم كاميوزيت می شود.

مراجع

- [1] C. Mroz, Am. Ceram. Soc. Bull., 72, 1993, 89.
- G. Gerger, Am. Ceram. Soc. Bull., 70, 1991, 212. [2]
- [3] J. Wang, M.R. Piramoon, C.B. Ponton, P.M. Marquis, Brit. Ceram. Trans., 90, 1991, 105.
- [4] M. Sternitzke, J. Eur. Ceram. Soc., 17, 1997, 1061.
   [5] A.V. Sergueeva, D.M. Hulbert, N.A. Mara, A.K.
- Mukherjee, Frontiers of Nanoscience, 1, 2009, 127. [6] S.T. Oh, T. Sekino, K. Niihara, J. Eur. Ceram. Soc., 18, 1998, 31.
- [7] S.T. Oh, M. Sando, K Niihara, J. Am. Ceram. Soc., 18, 1998, 3013.
- [8] T. Sekino, K. Niihara, J. Mater. Sci., 32, 1997, 3943.
  [9] T. Sekino, T. Nakajima, S. Ueda, K. Niihara, J. Am. Ceram. Soc., 80, 1997, 1139.
- [10] W.H. Tuan, R.J. Brook, J. Eur. Ceram. Soc., 6, 1990, 31.
- [11] A.H. De Aza, J. Chevalier, G. Fantozzi, M. Schehl, R. Torrecillas, Biomaterials, 23, 2002, 937.
- [12] K. Ando, M.C. Chu, K. Tsuji, T. Hirasawa, Y. Kobayashi, S. Sato, J. Eur. Ceram. Soc., 22, 2002, 1313.
- [13] S. Akpinar, I.A. Altun, K. Onel, J. Eur. Ceram. Soc., 30, 2010, 2727.
- [14] C. Nischik, M.M. Seibold, N.A. Travitzky, N. Claussen, J. Am. Ceram. Soc., 74, 1991, 2464.
- [15] B. Derby, Current Opinion in Solid State and Materials Science, 3, 1998, 490.
- [16] J. Rodriguez, A. Martin, J.Y. Pastor, J.L. Lorca, J.F. Bartolome, J.S. Moya, J. Am. Ceram. Soc., 82, 1999, 2252.
- [17] I.A. Chou, H.M. Chan, M.P. Harmer, J. Am. Ceram. Soc., 81, 1998, 1203.
- [18] T.J. Whalen, Ceram. Eng. Sci. Proc., 7, 1986, 1135.
- [19] G.C. Wei, P.F. Becher, J. Am. Ceram. Soc., 67, 1984, 571.
- [20] M.A. Janney, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **65**, 1986, 357.
   [21] W.H. Gu, K.T. Faber, R.W. Steinbreech, *Acta Metall.* Mater., 40, 1992, 3121.
- [22] M.A. Janney, Am. Ceram. Soc. Bull., 66, 1987, 322.
- [23] S. Wu, N. Claussen, J. Am. Ceram. Soc., 77, 1994, 2898.
- [24] S.C. Samanta, S. Musikant, Ceram. Eng. Sci. Proc., 8, 1987, 663.
- [25] K. Niihara, J. Ceram. Soc. Jpn., 99, 1991, 974.
- [26] J. Zhao, L.C. Stearns, M.P. Harmer, H.M. Chan, G.A.
- Miller, R.F. Cook, J. Am. Ceram. Soc., 76, 1993, 503.
- [27] I. Levin, W.D. Kaplan, D.G. Brandon, A.A. Layyous, J. Am. Ceram. Soc., 78, 1995, 254.

[28] D.S. Cheong, K.T. Hwang, C.S. Kim, J. Am. Ceram. Soc., 82, 1999, 981.

[29] T. Ohji, T. Hirano, A. Nakahira, K. Niihara, J. Am. Ceram. Soc., 79, 1996, 33.

[30] E.P. Chen, D.P. Hasselman, J. Am. Ceram. Soc., 59, 1976, 525.

[31] T. Ohji, Y.K. Jeong, Y.H. Choa, K. Niihara, J. Am. Ceram. Soc., 81, 1998, 1453.

JR

سیلیکون کاربید نانومتری (شکل ۸-الف) و میکرومتـری (شکل۸-ب) مشاهده می شود. همانطور که در تصاویر مشخص است، با افزایش درصد سیلیکون کاربید به ۱۰ درصد، چگالی نمونهها نسبت به کامپوزیت با ۵ درصد وزنی فاز ثانویه کاهش پیدا کرده است و همچنین رشد دانهها به دلیل اثر سیلیکون کاربید کاهش پیدا کرده است که می توان مشاهده کرد که این اثر با استفاده از ۱۰ درصد فاز سیلیکون کاربید نانومتری در زمینه مولایت بیشتر است.

![](_page_6_Picture_37.jpeg)

(الف)

![](_page_6_Picture_39.jpeg)

(ب)

شکل ۸: تصاویر SEM، الف) کامپوزیت مولایت – ۱۰ درصد وزنی سيليكون كاربيد نانومتري و ب) كاميوزيت مولايت ۱۰ درصد وزنی سیلیکون کاربید میکرومتری.

۴- نتیجهگیری

در این تحقیق اثر اندازه ذرات فاز تقویت کننده بر ریزساختار کامپوزیتهای زمینه سرامیکی بررسی شد.

**27**, 2007, 2095. [34] X.H. Wang, P.L. Chen, I.W. Chen, *J. Am. Ceram. Soc.*, **89**, 2006, 431.

[32] A. Gubernat, L. Stobierski, P. Labaj, *Materials Chemistry and Physics*, 67, 2001, 180.
[33] S. Ding, S. Zhu, Y.P. Zeng, D. Jiang, *J. Eur. Ceram. Soc.*,