

## ساخت و بررسی خواص کامپوزیت آلومینا-منیزیا-کاربید سیلیکون به کمک امواج مایکروویو و مقایسه با پخت در کوره الکتریکی

فریده السادات حاجی اکبری\*، زهرا باقری فرد، حسین سرپولکی و بیژن افتخاری یکتا

دانشگاه علم و صنعت ایران، دانشکده مهندسی مواد

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۸۷/۲/۲۵، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۸۷/۷/۱۴، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۸۷/۱۰/۵

**چکیده** دیرگدازهای اسپینلی به دلیل داشتن خواص مطلوب مانند مقاومت شیمیایی مناسب در برابر نمک‌های قلیایی، دیرگدازی و استحکام مکانیکی بالا، در صنعت کاربرد فراوانی دارند. در این پژوهش برای رسیدن به فاز اسپینل، نمونه‌هایی حاوی اکسید آلومینیم و اکسید منیزیم به نسبت مولی ۱:۱ در مایکروفر خانگی ۲/۴۵GHz به مدت ۳۰ دقیقه و در کوره الکتریکی در دمای ۱۳۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت یک ساعت و همچنین در دمای ۱۴۰۰ درجه در زمان‌های یک و دو ساعت پخت شدند. به دلیل پایین بودن فاکتور تلفات هر دو اکسید در دماهای پایین، از محمل کاربید سیلیکون برای گرم شدن و پخت بهتر نمونه‌ها در پخت مایکروفر استفاده شد. در این پژوهش اثر افزودنی سیلیکون کاربید بر روی پخت نمونه‌ها نیز بررسی شد. نتایج نشان می‌دهد که دانسیته نمونه‌های پخت شده در کوره الکتریکی با افزایش درصد کاربید سیلیکون، افزایش و در نمونه‌های پخت شده در مایکروفر کاهش می‌یابد. همچنین نمونه‌های پخت شده در مایکروفر در زمان کمتر و با صرف انرژی کمتری نسبت به نمونه‌های پخت شده در کوره، به درصد مشابهی از فاز اسپینل رسیدند.

**کلمات کلیدی** امواج مایکروویو، زینترینگ، اسپینل، کوره الکتریکی.

## Microstructure Evaluation of Al-Mg-SiC Composite through Sintering by Microwave and Electrical Furnace

F. Hajiakbari\*, Z. Bagherifard, H. Sarpoolaki and B. Eftekhari Yekta

Department of Materials Engineering, Iran University of science and Technology

**Abstract** Spinel refractory has received much interest in industry because of combined ultra good chemical resistance to alkaline salts, high refractoriness and high mechanical strength. In this study samples which were containing Alumina and Magnesia (mole ratio 1-1), prepared in order to formation of spinel phase. In the next Step, the first group of samples was sintered in a 2.45GHz Kitchen Microwave for 30 minutes and the others (group 2, 3 and 4) were sintered in an electrical furnace, where second and third groups were heated for 1 hour, at 1350°C and 1400°C, respectively and the last ones was sintered at 1400°C for 2 hours. Due to low loss factor of Alumina and Magnesia at low temperatures, a silicon carbide substrate was used to improve heating during Microwave sintering. Also, the effect of adding silicon carbide on the sintering of samples was investigated. Results showed that the density of sintered samples in electrical furnace were enhanced by increasing silicon carbide content, in contrast with, density of the Microwave sintered samples were decreased. It was seen, the first group reached to the same amount of spinel in a shorter time by consuming lower energy in comparison with other groups.

**Keywords** Microwave, Sinter, Spinel, Electrical Furnace.

\*عهده‌دار مکاتبات

نشانی: تهران، دانشگاه علم و صنعت ایران، دانشکده مهندسی مواد.

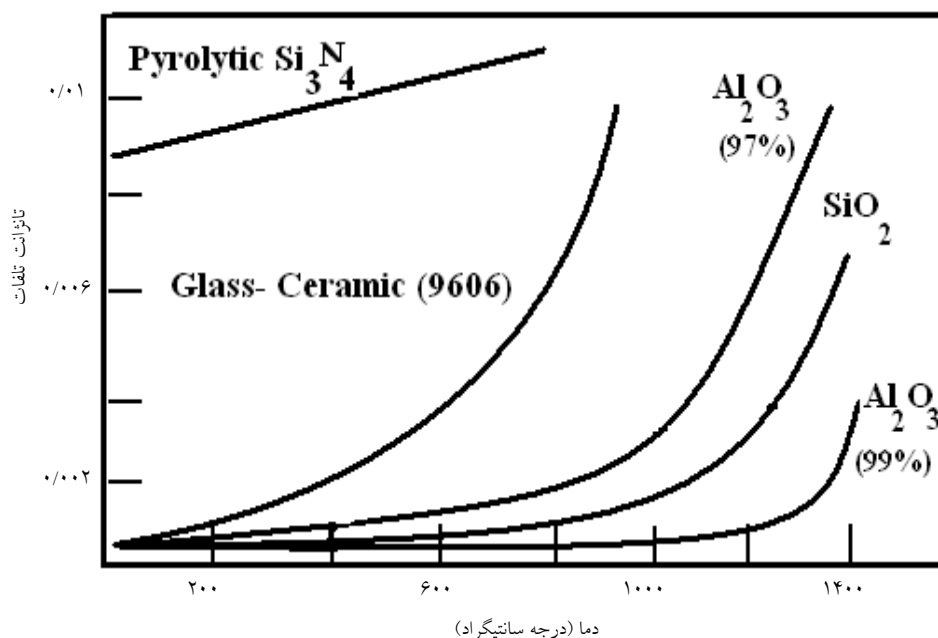
تلفن: ۰۲۱-۸۸۰۸۷۵۱۵، دورنگار: ۰۲۱-۴۴۱۱۰۱۹۲، پیام‌نگار: f-hajiakbari@yahoo.com

## ۱- مقدمه

نفوذ (عمقی که نیروی اعمالی تا نصف کاهش می‌یابد) وابسته است و با فرکانس، رابطه معکوس دارد. بنابراین انرژی جذب شده به عواملی مانند فرکانس، شدت میدان، فاکتور تلفات و ثابت دی‌الکتریک نسبی بستگی دارد. در شکل ۱ تأثیر تغییرات دما بر  $\tan \delta$  مشاهده می‌شود. معمولاً یک منطقه خطی وجود دارد که در آن  $\tan \delta$  به آهستگی با دما افزایش می‌یابد. در پی آن یک منطقه نمایی وجود دارد که متعلق به دمای بحرانی است. در این منطقه  $\tan \delta$  با افزایش دما به سرعت افزایش می‌یابد. [۲]

لزوم صرفه جویی در مصرف انرژی، محققان را بر آن داشت تا به بررسی پخت مواد سرامیکی مختلف با امواج مایکروویو بپردازند. سابقه این تحقیقات به دهه ۱۹۶۰ بازمی‌گردد. در سال‌های میانی آن دهه تینگا<sup>۱</sup> و همکارانش برای اولین بار پخت سرامیک‌ها با مایکروویو را آزمودند.

امواج مایکروویو، امواج الکترومغناطیس هستند و از قوانین اپتیک پیروی می‌کنند و بسته به نوع ماده‌ای که با آن برخورد می‌کنند، می‌توانند انعکاس یابند، جذب شوند یا عبور کنند [۱]. در اثر برهم کنش میان امواج مایکروویو و مواد، مقداری از انرژی از طریق بردار میدان الکتریکی  $E(V/M)$  یا از طریق بردار میدان مغناطیسی  $H(A/M)$  تلف می‌شود و به صورت گرما ظاهر می‌شود. مقدار توان جذب شده به وسیله ماده دی‌الکتریک در یک میدان الکتریکی به ضریب گذردهی کمپلکس ماده دی‌الکتریک ( $\epsilon^*$ ) بستگی دارد و شامل یک بخش حقیقی ( $\epsilon'$ ، ثابت دی‌الکتریک) و یک بخش موهومی ( $\epsilon''$ ، فاکتور تلفات دی‌الکتریک) است. تلفات دی‌الکتریک با فاکتور تلفات ( $\tan \delta$ ) توصیف می‌شود و این پارامتر به عمق



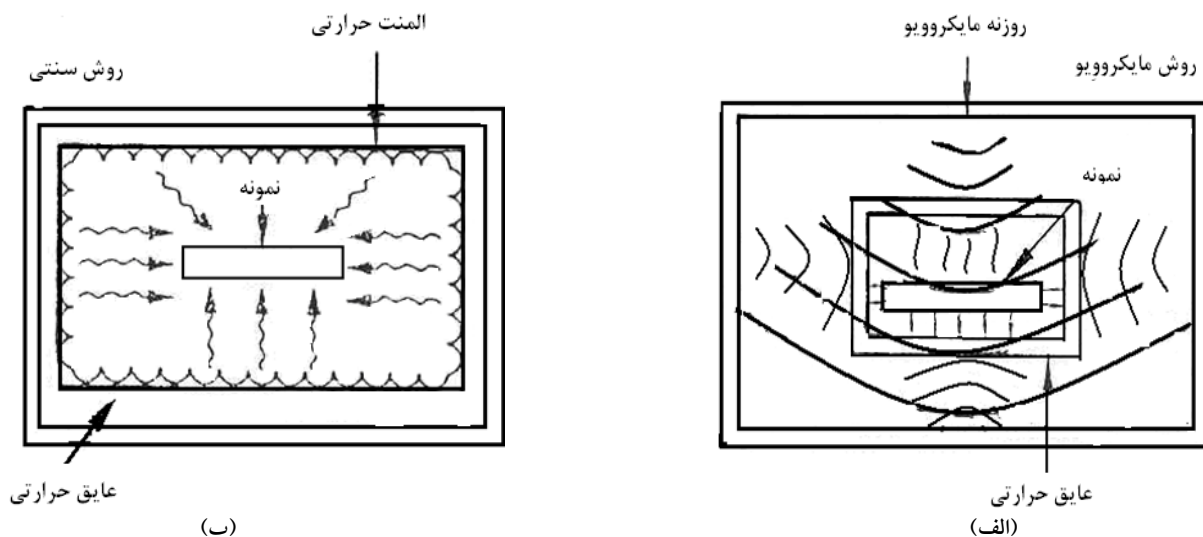
شکل ۱. تانژانت تلفات برحسب دما.

جذب سطحی قوی تری نسبت به آلومینا و منیزیا دارد. درحالی که نمونه ها، بعد از رسیدن به دمای بحرانی، به طور مؤثرتری با میدان الکترومغناطیسی برهم کنش می کنند. به دلیل افزایش سریع هدایت یونی و بالارفتن توانایی جذب، سرعت گرم شدن زیاد می شود و امواج مایکروویو نفوذ بهتری انجام می دهند. درمقابل عمق نفوذ امواج مایکروویو به درون محمل SiC از ۴ سانتیمتر در ۲۲ درجه سانتیگراد، به ۰/۴ سانتیمتر در ۶۹۵ درجه سانتیگراد کاهش می یابد. کاهش سبب می شود نمونه ها درحین پخت دمای بالاتری نسبت به محمل داشته باشند. معمولاً دما در محدوده ۵۵۰ تا ۲۰۰۰ درجه سانتیگراد با پیرومتر فیبر نوری اندازه گیری می شود [۹].

فرآیند گرم شدن قطعات با امواج مایکروویو اساساً با پخت به شیوه متداول تفاوت دارد. شکل ۲ این تفاوت را نشان می دهد.

در روش های سنتی، حرارت به وسیله منبع خارجی از جسم ایجاد می شود. سپس گرما در سطح جسم جذب و

چندی بعد میک<sup>۲</sup> توانست با پخت ( $ZrO_2 - Y_2O_3$ ) و ( $Al_2O_3$ ) با استفاده از امواج مایکروویو به ترتیب به ۹۳/۳ و ۹۱/۷ درصد دانسیته تئوری برسد [۳]. درحالی که جانی<sup>۳</sup> با استفاده از مایکروویو توانست به ۹۹ درصد دانسیته تئوری  $ZrO_2 - 8mol\%Y_2O_3$  دست یابد [۴]. هریسون<sup>۴</sup> نیز پخت سرامیک های فروالکتریکی مانند (PZT) و (PLZT) را در اتمسفر هوا و زمان ۵ دقیقه با استفاده از امواج مایکروویو انجام داد [۵]. نتایج تحقیقات فنگ<sup>۵</sup> نیز نشان داد که در مواد اولیه پودری با انرژی آزاد گیبس<sup>۶</sup> بالاتر، هنگام پخت با امواج مایکروویو، دانسیته بالاتری به دست می آید [۶]. همچنین پخت سرامیک هایی که هدایت حرارتی پایینی دارند، در دمایی بالاتر از دمای بحرانی توسط مایکروویو، سبب ایجاد تنش حرارتی و ترک خوردن سرامیک ها می شود [۷، ۸]. در تحقیقی که زیپینگ و یانگ<sup>۷</sup> بر روی نمونه هایی مانند  $Al_2O_3$  با فاکتور تلفات پایین انجام دادند، گرم شدن ابتدایی نمونه ها با محملی از جنس SiC انجام شد؛ زیرا SiC در دماهای پایین در میدان مغناطیسی،



شکل ۲. مقایسه عمل حرارت دادن در روش های، (الف) مایکروویو و (ب) سنتی [۱].

2. Meek.
3. Janey
4. Harison.
5. Fang.
6. Gibbs.
7. Zhipeng Xie. Jinlong Yang.

متوسط ۰/۵ میکرون، منیزیای مرک و نیز از  $\alpha$ -SiC (واشتگتن میل) با خلوص ۹۶/۵ درصد و با دانه بندی کوچک تر از  $75 \mu\text{m}$  استفاده شد. برای رسیدن به فاز اسپینل، آلومینا و منیزیا به نسبت مولی ۱-۱ یا نسبت وزنی ۷۱/۸۳-۲۸/۱۷ مخلوط شدند. سپس برای بررسی اثر SiC بر خواص مخلوط، SiC به نسبت های وزنی ۰، ۵٪ و ۱۰٪ افزوده شد. جهت همگن شدن مخلوط، هر گروه در جارمیل<sup>۱</sup> با دور ۲۰۰ دور بر دقیقه به مدت ۲ ساعت خشک آسیاب شد. بعد از خارج کردن مواد از جارمیل از الک مش ۲۰ عبور داده شد تا پودر یکنواختی به دست آید. سپس به هر گروه ۵٪ رطوبت و ۱٪ چسب PVA (پلی ونیل الکل) پودری اضافه گشت.

در مرحله بعد گرانول سازی انجام شد و نمونه ها به مدت ۲۴ ساعت همگن سازی شدند. نمونه هایی با وزن اولیه ۲ به صورت دیسک هایی با قطر ۱۵/۴ و ارتفاع ۳/۹ میلی متر گرم به روش پرس تک محوره، تحت فشار پرسی برابر  $(370 \text{ Kg/Cm}^2)$  شکل داده شدند. سپس به مدت ۲۴ ساعت داخل خشک کن با دمای ۵۰ درجه سانتی گراد قرار گرفتند. نمونه های خشک شده در چهار دسته طبقه بندی شدند که سه دسته در کوره آزمایشگاهی و یک دسته نیز در مایکروفر پخت شد. برنامه هر چهار گروه در زیر آمده است:

- گروه A: سرعت ۱۰ درجه بر دقیقه تا دمای  $1350^\circ\text{C}$  به مدت یک ساعت.
- گروه B: سرعت ۱۰ درجه بر دقیقه تا دمای  $1400^\circ\text{C}$  به مدت یک ساعت.
- گروه C: سرعت ۱۰ درجه بر دقیقه تا دمای  $1400^\circ\text{C}$  به مدت دو ساعت.
- گروه D: پخت در مایکروفر به مدت ۳۰ دقیقه.

نمونه ها با توجه به درصد کاربرد سیلیکون و برنامه

از طریق هدایت به داخل آن منتقل می شود؛ یعنی شیب حرارتی از محیط به جسم جریان می یابد. در حالی که در روش مایکروویو بر اثر نوسانات مولکول ها و اتم های ماده، گرما به طور یکنواخت در داخل جسم ایجاد می شود و شیب حرارتی از جسم به محیط جریان می یابد. بنابراین یکنواختی گرمای تولید شده در مواد با فاکتور تلفاتی بالا به روش مایکروویو، ایجاد ریزساختاری یکنواخت تر و محصولی با خواص بهبود یافته تر ایجاد می کند.

پخت ترکیبات سرامیکی به روش مایکروویو مزایایی دارد؛ از جمله: چگالش در دماهای پایین تر، گرمایش سریع در لایه های درونی، بهبود خصوصیات ریزساختاری و خواص محصول نهایی، خروج سریع آب، چسب و گازها بدون ایجاد ترک، گرمایش انتخابی و کاهش هزینه ها. این روش مشکلاتی نیز دارد که مهم ترین آنها عبارتند از: عدم توانایی مایکروویو در گرمایش سرامیک های با ضریب تلفات پایین، گرمایش غیریکنواخت (در مواد با هدایت حرارتی پایین) و نیز تولید پلاسما و جرقه [۱].

استفاده از مایکروفرهای خانگی روشی ارزان قیمت برای پخت مواد در آزمایشگاه است. در مایکروفرهای خانگی مواد جهت پخت در محفظه ای قرار می گیرند و معمولاً از یک صفحه چرخان برای اعمال میانگینی از نوسان میدان الکتریکی اعمال شده بر روی محصول استفاده می شود. در بیشتر موارد دستگاهی به نام تکان دهنده به محفظه ضمیمه می شود تا مسیر موج خروجی را به تناوب تغییر دهد. این دو تکنیک، یکنواختی گرمایش محصولات را افزایش می دهند [۹].

## ۲- نحوه انجام آزمایش

در این پروژه از آلومینای راکتیو (فیبرونا) با اندازه دانه

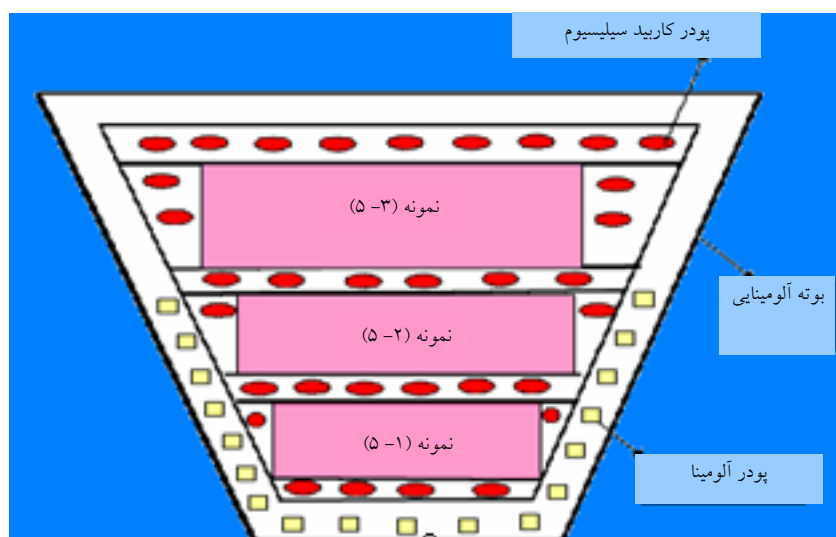
اطمینان از سالم ماندن کف میکروفر، یک آجر عایق حرارت زیر بوتۀ آلومینایی قرار داده شد. درجه میکروفر بر روی ۴۷۰W-۶۰۰ تنظیم شد و نمونه‌ها به مدت نیم ساعت پخت شدند.

گذاختگی مجموعه حاوی نمونه‌ها نشان‌دهنده بالا بودن دمای پخت نمونه‌ها بود. دانسیته نمونه‌های خام و نمونه‌های پخته شده اندازه‌گیری و فازهای تشکیل شده، با XRD شناسایی شدند. در نهایت آنالیز ریزساختاری نمونه‌ها با SEM انجام گرفت.

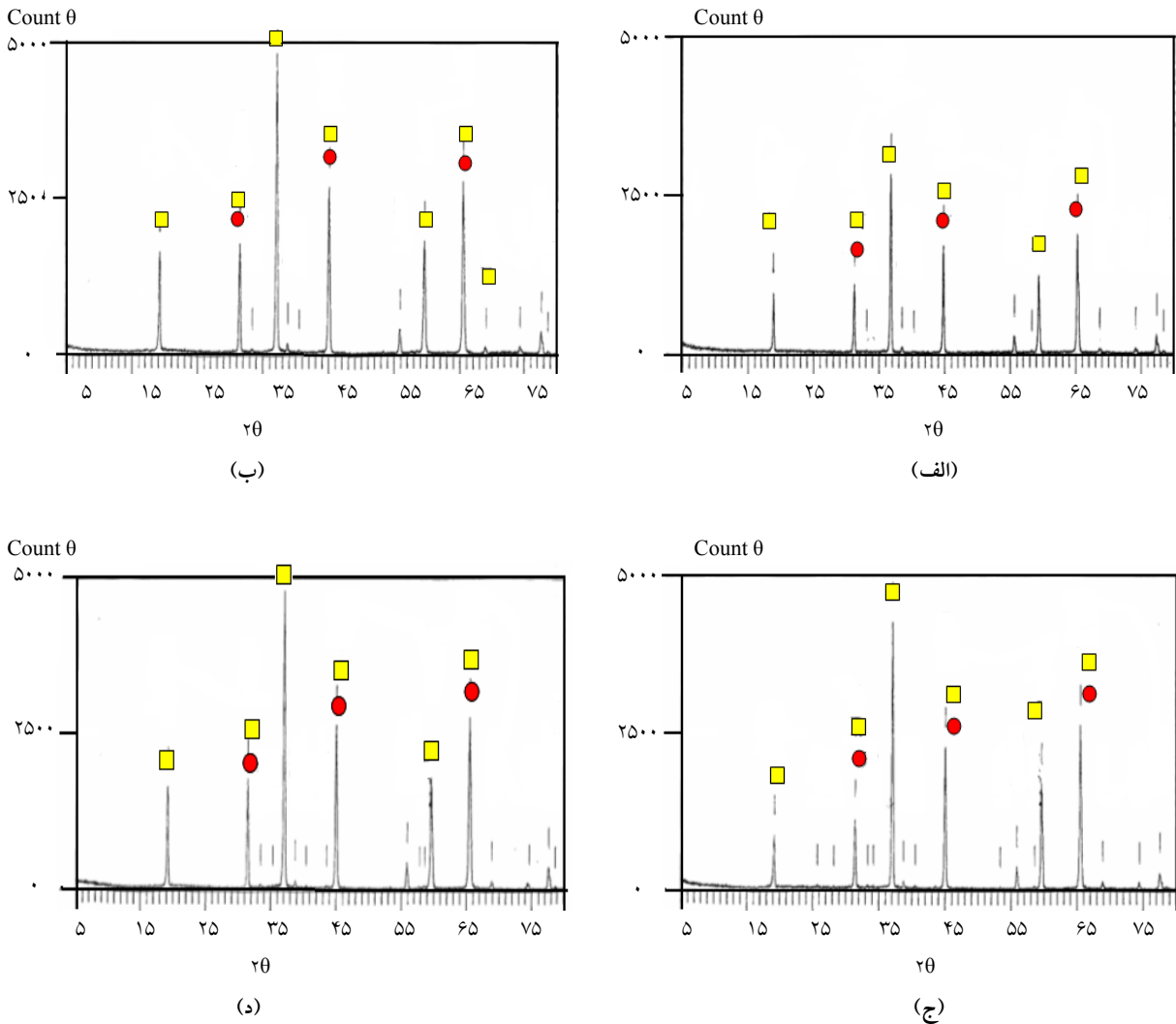
### ۳- نتایج و بحث

نتایج حاصل از آنالیز فازی نمونه‌های بدون SiC و دارای ۱۰٪ کاربید سیلیکون پخت شده در کوره در دمای ۱۴۰۰°C به مدت ۲ ساعت (گروه C) و پخت شده در میکروفر (گروه D) در

پخت به روش زیر نام گذاری شدند. در نام گذاری نمونه‌ها A، M، S به ترتیب نشانه SiC، MgO،  $Al_2O_3$  هستند و اندیس S نیز بیانگر درصد SiC است. حروف بزرگ آخر نشان‌دهنده گروه پخت (مطابق با چهار گروه ذکر شده) است. برای مثال گروه پخت MAS<sub>5</sub>-C نمونه آلومینامیزیا حاوی ۵٪ کاربید سیلیکون است که در کوره الکتریکی در دمای ۱۴۰۰°C به مدت ۲ ساعت پخت شده است. برای نمونه‌ها در میکروفر، پودر کاربید سیلیکون در بوتۀ ای از جنس SiC ریخته شد و نمونه، بر روی آن قرار گرفت و دوباره روی نمونه پودر SiC ریخته شد. شکل ۳ تصویر قرارگیری نمونه‌ها در میکروفر را نشان می‌دهد. برای جلوگیری از آسیب دیدن محفظه داخلی میکروفر و در اثر بالا رفتن دما، بوتۀ SiC به همراه مقداری پودر آلومینا داخل یک بوتۀ آلومینایی بزرگ تر قرار گرفت. بوتۀ آلومینایی نیز درون یک لایه پتوی نسوز<sup>۹</sup> پیچانده شد تا از انتقال گرما به خارج جلوگیری شود. سپس این مجموعه در میکروفر خانگی با فرکانس ۲/۴۵ GHz گذاشته شد. جهت



شکل ۳. تصویر قرارگیری نمونه‌ها داخل بوتۀ.



شکل ۴. طیف پراش پرتو ایکس، (الف) نمونه MAS<sub>0</sub>-C فاز اسپینل و فاز آلومینا، (ب) نمونه MAS<sub>0</sub>-D، (ج) نمونه MAS<sub>10</sub>-C و (د) نمونه MAS<sub>10</sub>-D فاز اسپینل و فاز آلومینا.

در ترکیب بستگی دارد [۱۰]، می توان گفت در تمام نمونه ها به جز ان نمونه MAS<sub>0</sub>-D، فاز اسپینل تقریباً به یک میزان تشکیل شده است. همچنین در نمونه های پخت شده در کوره، فاز SiO<sub>2</sub> تشکیل شده است. درحالی که در نمونه های پخت شده درون مایکروفر این فاز دیده نمی شود. باتوجه به شکل های ۴ (ب) و (د) درمی یابیم که در نمونه

شکل ۴ آمده است. نوع فازهای موجود در نمونه ها نیز در جدول ۱ مشخص شده است. مطابق جدول ۱، در تمامی نمونه ها فاز اسپینل به همراه آلومینای آزاد وجود دارد که نشان دهنده کامل شدن واکنش تشکیل فاز اسپینل است. با در نظر گرفتن این اصل که شدت طرح پراش یک فاز خاص در ترکیبی از فازها به غلظت آن فاز

جدول ۱. بررسی فازی نمونه‌های پخت‌شده در کوره الکتریکی به مدت دو ساعت و پخت‌شده در مایکروفر. (Sp: اسپینل،  $\alpha$ -A: کوراندوم،  $\alpha$ -SiC: $\alpha$ -S: M: پری کلاز (xxx وجود و --- عدم وجود فاز).

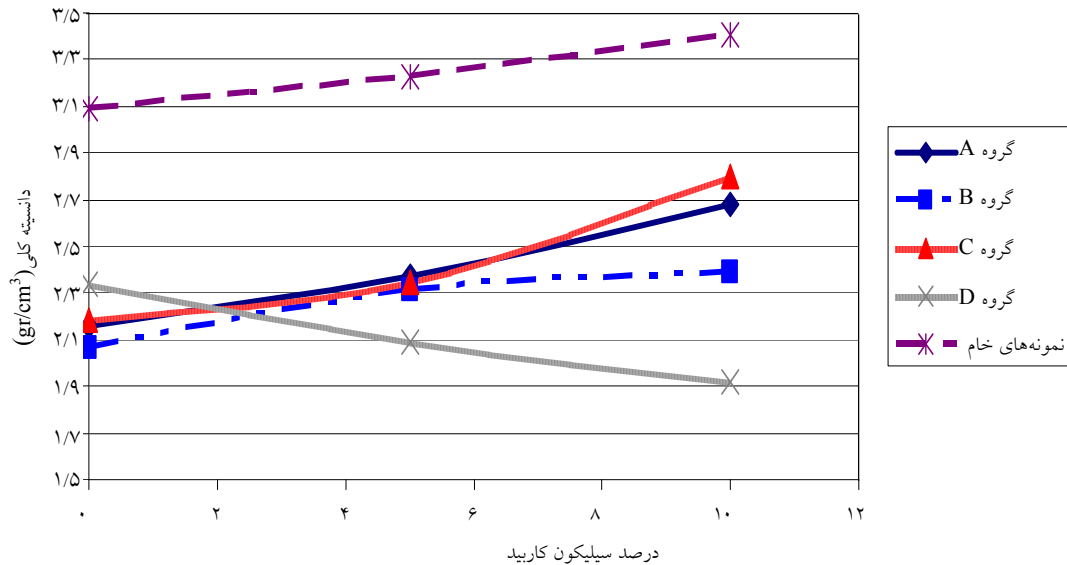
فاز	Sp	$\alpha$ -A	$\alpha$ -S	M	SiO <sub>2</sub>
MAS <sub>0</sub> -C	xxx	xxx	---	---	---
MAS <sub>10</sub> -C	xxx	xxx	xxx	---	xxx
MAS <sub>0</sub> -D	x	xxx	---	---	---
MAS <sub>10</sub> -D	xxx	xxx	xxx	---	---

همان گونه که در جدول ۱ مشاهده می‌شود در نمونه MAS<sub>10</sub>-C فازهای زودذوبی مانند SiO<sub>2</sub> دیده می‌شود؛ درحالی که این فازها در MAS<sub>10</sub>-D حضور ندارند. می‌توان این گونه نتیجه گرفت که مقداری از SiC موجود در نمونه پخت‌شده در کوره، در اثر بالابودن دما و گذشت زمان اکسید شده و فاز مذکور را ایجاد کرده است [۲]. در صورتی که در نمونه‌های گروه D به دلیل کوتاه بودن زمان پخت و به احتمال زیاد پایین تر بودن دما، SiC امکان تجزیه نداشته و درون نمونه باقی مانده است.

شکل ۵ تغییرات دانسیته را با افزایش درصد کاربید سیلیکون نشان می‌دهد.

منحنی‌های A، B و C مربوط به سه گروه اول پخت، نشان می‌دهند که با افزایش درصد SiC دانسیته نمونه‌ها افزایش یافته است. دانسیته نمونه‌های پخت‌شده در مایکروفر (گروه D) با افزایش درصد کاربید سیلیکون کاهش می‌یابد و به مقداری بسیار کمتر از مقادیر مربوط به گروه‌های A، B و C می‌رسد. همچنین مشاهده می‌شود دانسیته نمونه‌های پخت‌شده نسبت به دانسیته نمونه‌های خام کاهش یافته است. کم‌تر بودن دانسیته نمونه‌های پخت‌شده (هر چهار گروه) نسبت به نمونه‌های خام می‌تواند به علت واکنش تشکیل فاز اسپینل باشد که با ۷/۲ درصد انبساط همراه است. از سوی دیگر به نظر می‌رسد در نمونه‌های پخت‌شده در کوره الکتریکی با افزایش دمای پخت (نمودارهای A و B) درصد فاز اسپینل بیشتری تشکیل شده و در نتیجه دانسیته، کاهش بیشتری یافته است [۱۱]. مقایسه نمودارهای B و C نشان می‌دهد که در دمای پخت ثابت، با افزایش زمان پخت دانسیته نمونه‌های پخت‌شده در کوره افزایش می‌یابد. به نظر می‌رسد با افزایش زمان پخت، واکنش

MAS<sub>0</sub>-D فاز اسپینل کمتری نسبت به نمونه MAS<sub>10</sub>-D تشکیل شده است. از آنجایی که با افزایش درصد SiC، میزان فاز اسپینل تشکیل‌شده افزایش یافته است، می‌توان گفت کاربید سیلیکون سبب افزایش دمای پخت شده است. همان گونه که می‌دانیم ترکیب مواد شفاف یا کدر با افزودنی‌های جذب‌کننده روشی برای افزایش جذب امواج توسط این مواد است. افزودنی‌ها که در شکل‌های رشته‌ای و ذره‌ای هستند، انرژی امواج مایکروویو را سریع‌تر از زمینه جذب خواهند کرد. برای مثال ترکیب مواد شفاف مانند (MgO-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) با ترکیباتی مانند (NiO, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, C, SiC) سبب جذب امواج توسط مواد شفاف خواهند شد. نمونه دیگر اینکه اضافه کردن رشته‌ها یا ویسکرزهای<sup>۱</sup> کاربید سیلیکون در آلومینا سبب گرم شدن ماده در دمای پایین (قبل از دمای بحرانی) خواهد شد؛ به طوری که این رشته‌ها و ذرات سریع‌تر از زمینه گرم خواهند شد؛ ولی زمانی که ماده به دمای بحرانی می‌رسد، زمینه به طور مستقیم امواج را جذب خواهد کرد. در اغلب موارد پودر کاربید



شکل ۵. تغییرات دانسیته برحسب درصد کاربید سیلیکون.

باعث صرفه جویی در زمان و دما شود؛ درحالی که نمی تواند دانسیته را از حداکثر مقداری که به شیوه مرسوم به آن می رسیم بالاتر ببرد. برای مثال شکل ۶ که حاصل آزمایش های آقای یانگ است نشان می دهد که  $Ce-Y-ZrO_2$  پخت شده در مایکروویو در دمای  $1300^{\circ}C$  طی ۳۰ دقیقه به ۹۴ درصد دانسیته تئوری می رسد؛ درحالی که نمونه پخت شده به روش سنتی در  $1400^{\circ}C$  پس از ۲ ساعت به همان دانسیته رسیده است [۱۳].

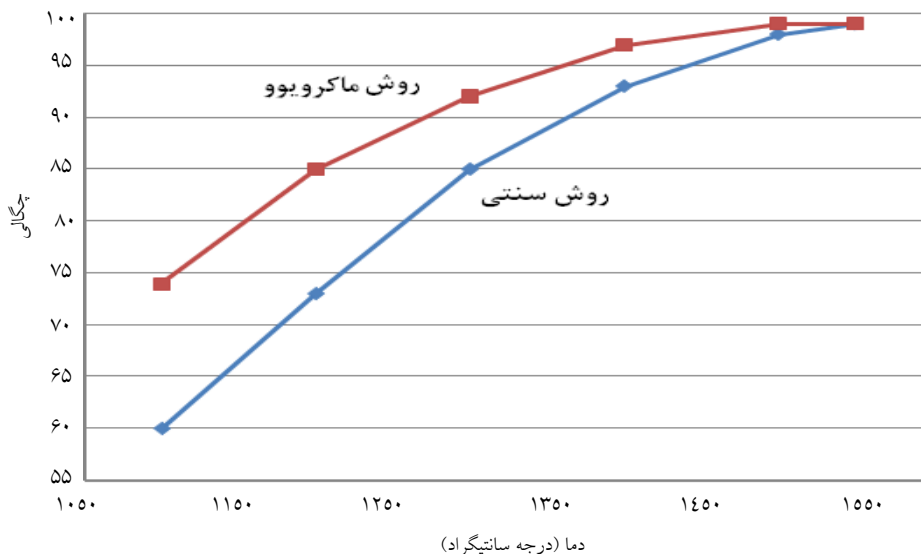
نمونه های  $MAS_{10}-C$  و  $MAS_{10}-D$  و  $MAS_0-D$  با میکروسکوپ الکترونی روبشی مطالعه شد. تصاویر حاصل از الکترون های برگشتی در شکل های ۷، ۸ و ۹ آمده است.

شکل ۷ تصویر Sem مربوط به نمونه پخت شده در کوره را در دو بزرگنمایی نشان می دهد. شکل ۸ نیز تصویر Sem نمونه پخت شده در مایکروفر را نشان می دهد. همانگونه که مشاهده می شود رنگ نمونه خاکستری روشن است که در آن نقاط محدودی به رنگ خاکستری تیره دیده می شود. در شکل ۹ تعداد نقاط تیره از نقاط خاکستری روشن بیشتر است. از آنجایی که

تشکیل اسپینل پیشرفت چندانی نکرده و به وجود آمدن فازهای زودذوب مانند  $SiO_2$  سبب زیتترینگ در حضور فاز مایع گشته و در نتیجه دانسیته افزایش یافته است [۱۲].

پایین تر بودن دانسیته نمونه های پخته شده با مایکروویو نسبت به نمونه های پخت شده در کوره الکتریکی می تواند به دلیل زیتترینگ کمتر ناشی از پایین تر بودن دما یا کوتاه تر بودن زمان پخت در مایکروفر نسبت به کوره الکتریکی باشد. مقایسه منحنی D با سایر منحنی های موجود در شکل ۸ نشان می دهد که در این گروه برخلاف گروه های دیگر با افزایش درصد SiC دانسیته کاهش می یابد. می توان اینگونه استدلال کرد که دانه های SiC به دلیل تمرکز امواج مایکروویو به طور موضعی گرم می شوند و نرخ انبساط بالایی می یابند که هنگام سرمایش سبب افزایش تخلخل و کاهش دانسیته می شوند. محققان دیگر مانند یانگ<sup>۱۱</sup> نیز اختلاف رفتار نمونه پخت شده در کوره و مایکروفر را بررسی کرده اند. نتایج حاصل نشان داد که پخت به شیوه مایکروویو می تواند افزایش دانسیته را تسریع کند و





شکل ۶. تغییرات دانسیته بر حسب دمای پخت  $\text{Ce-Y-ZrO}_2$  [۱۲].

در کوره باشد. نتایج به دست آمده با نتایجی که یانگ در بررسی ریزساختار نمونه‌های پخت شده به هر دو روش میکروویو و مرسوم به دست آورد، مطابقت دارد. او در تحقیقات خود توانست نمونه‌ها را تا ۹۹ درصد دانسیته تئوری پخت کند و مشاهده کرد نمونه‌های پخت شده به شیوه میکروویو ساختار ریزدانه‌تر و یکنواخت‌تری نسبت به سایر نمونه‌ها دارند. برای مثال اندازه دانه در ریلکسر فروالکتریکی پخت شده به شیوه میکروویو  $3/2\mu\text{m}$  است؛ درحالی‌که در نمونه‌های پخت شده به شیوه مرسوم  $6/8\mu\text{m}$  است. اختلاف زیاد در اندازه دانه‌ها به این علت است که هنگام پخت به روش میکروویو به علت سرعت بالای گرم شدن و کوتاه بودن زمان پخت، نفوذ کمتری صورت می‌گیرد و در نتیجه دانه رشد کمتری می‌کند [۱۴]. جانگ<sup>۱۳</sup> و کیم<sup>۱۴</sup> نیز در تحقیقات خود، پس از پخت کامپوزیت اسپینل آلومینا-منیزیا به دو روش سنتی و میکروویو دریافتند که اندازه کریستال‌ها در پخت میکروویو درمقایسه با کوره از  $42\text{nm}$  به  $29\text{nm}$  کاهش یافته است [۱۵].

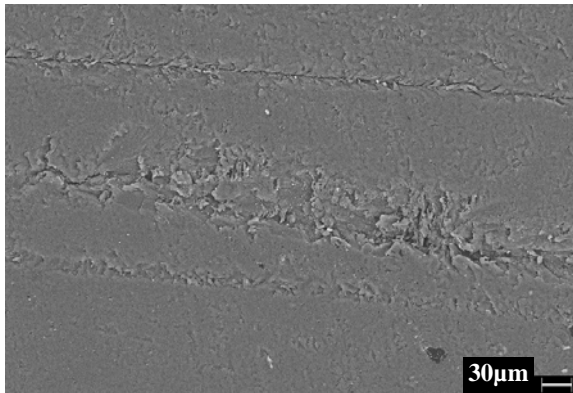
فاز اسپینل وزن اتمی کمتری نسبت به فاز آلومینا دارد، می‌توان گفت فاز اسپینل کنتراست<sup>۱۲</sup> تیره‌تری نسبت به آلومینا دارد [۱۴]. بنابراین در نمونه حاوی  $10\% \text{SiC}$  پخت شده در کوره فاز اسپینل به طور نسبتاً کاملی تشکیل شده است؛ اما در نمونه فاقد کاربید سیلیکون پخت شده در میکروفر به علت پایین بودن دما و زمان پخت فاز اسپینل به صورت پراکنده تشکیل شده است. همچنین در نمونه  $\text{MAS}_{10}\text{-D}$  به دلیل افزایش دمای ناشی از حضور سیلیکون کاربید، فاز اسپینل بیشتری نسبت به نمونه  $\text{MAS}_0\text{-D}$  تشکیل شده است. اگرچه درصد فاز اسپینل در نمونه حاوی  $10\%$  کاربید سیلیکون پخت شده در میکروفر شکل ۹ نسبت به نمونه با ترکیب مشابه پخت شده در کوره شکل ۷ ب کمتر است.

در شکل ۱۰ مشاهده می‌شود نمونه پخت شده در کوره ریزساختار فشرده‌تر و درشت‌دانه‌تری نسبت به نمونه‌های پخت شده در میکروفر شکل‌های ۱۱ و ۱۲ دارد. این امر می‌تواند ناشی از بالاتر بودن دما و به ویژه طولانی تر بودن زمان پخت

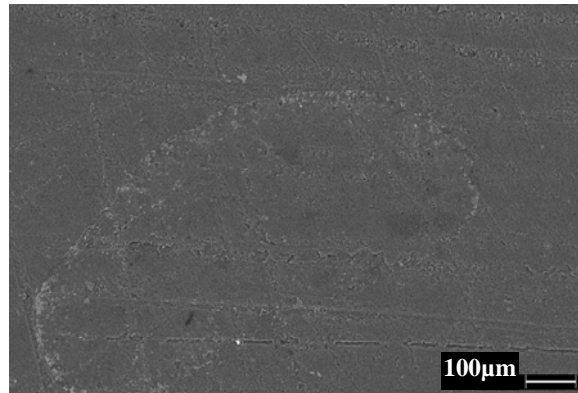
12. Contrast.

13. Jung.

14. Kim.

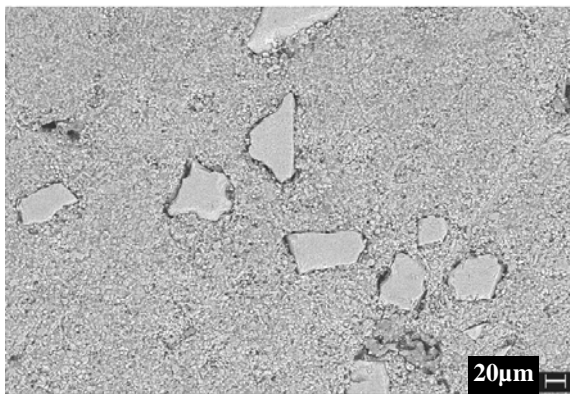


ب) بزرگنمایی ۲۰۰ برابر.

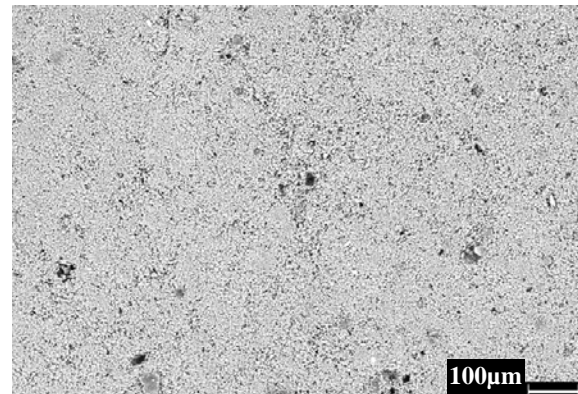


الف) بزرگنمایی ۱۰۰ برابر.

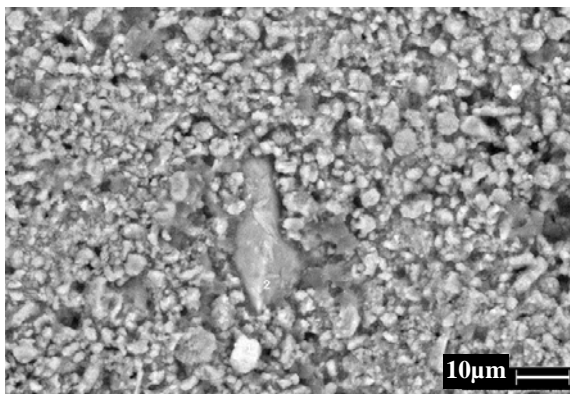
شکل ۷. تصویر SEM ریز ساختار نمونه  $MAS_{10} - C$ .



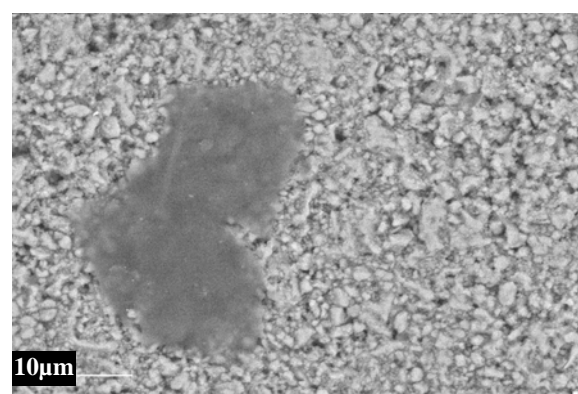
شکل ۹. تصویر SEM ریز ساختار نمونه  $MAS_{10} - D$  با بزرگنمایی ۲۰۰ برابر.



شکل ۸. تصویر ریز ساختاری نمونه  $MAS_{10} - D$  با بزرگنمایی ۱۰۰ برابر.

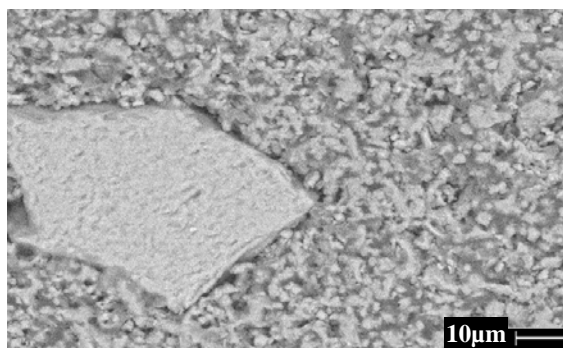


شکل ۱۱. تصویر SEM ریز ساختاری نمونه  $MAS_{10} - D$  با بزرگنمایی ۳۰۰۰ برابر.



شکل ۱۰. تصویر SEM ریز ساختار نمونه  $MAS_{10} - C$  با بزرگنمایی ۳۰۰۰ برابر.

در داخل نمونه و تشکیل فاز اسپینل بیشتر شده است.  
 ۶. در نمونه‌های پخت شده در مایکروفر به علت کوتاه بودن زمان پخت نفوذ کمتری صورت گرفته و ساختار ریزدانه تری نسبت به نمونه‌های پخت شده در کوره ایجاد شده است.



شکل ۱۲. تصویر SEM ریز ساختار نمونه  $MAS_5 - D$  در بزرگنمایی ۳۰۰۰ برابر.

## مراجع

۱. صولتی هنجین مهران؛ پخت سرامیک‌ها با استفاده از مایکروویو، مجموعه مقالات اولین سمینار هسته خودکفایی تحقیقاتی صنایع چینی و سرامیک، دفتر تحقیقات صنعتی، معاونت تحقیقات و آموزش وزارت صنایع، تهران، (۱۳۶۹)، ۱۴۳-۱۵۶.
۲. سمیعی لیا؛ بررسی امکان ساخت بوته‌های سیلیکون کاربرد با باند رسی توسط امواج مایکروویو، پایان نامه کارشناسی، دانشگاه بین‌المللی قزوین، (۱۳۸۰).
3. Meek, T.T., Holcomband, C.E. and Dykes, N., "Microwave Sintering of Some Oxide Materials Using Sintering Aids", *J. of Materials Science Letters*, Vol. 6 No. 9 (1987) 1060-1062.
4. Kimrey, H.D., Kiggans, J.O., Janney, M.A. and Beatty, R.L., "Microwave Sintering Of Zirconia-Toughened Alumina Composites in Microwave Processing of Materials II", *J. of Materials Research Society Symposium Proceedings*, Vol. 189 (1991) 243-256.
5. Mizuno, M.O., "Sintering of Traditional Ceramics by Microwave", *J. of Ceram. Trans*, Vol. 111 (2001) 277-285.
6. Fang, Y. and Agrawa, D., "Effect of Powder Reactivity on Microwave Sintering of Alumina", *J. of Materials letters*, Vol. 58 (2004) 498-501.
7. Clack, D.E. and Gac, F.D., "Mol% Yttria. In Microwaves, Theory and Application in Materials Processing", *J. of Ceramic Transactions*, Vol. 21 (1991) 5039-5043.
8. Tian, Y.L., "Practices of Ultra-Rapid Sintering of Ceramics Using Single Mode Applicator, in Microwaves: Theory and Applications in Microwave Processing", *J. of Ceramic Transactions*, Vol. 21 (1991) 283-300.
9. Xie, Z., Yang, J., Huang, X. and Huang, Y., "Microwave Processing and Properties of Ceramics with Different Dielectric Loss", *J. of Materials Science and Engineering*, Vol. 19 (1999) 381-387.
10. Cullity, B.D. and Stock, S.R., *Elements of X-Ray Diffraction*, Second Edition, Vol. 2 ISBN. 0-201-01174-3 (2000).
11. Sarkar, R., Ghosh, A., Das, S.K., "Reaction Sinterd

## ۴- نتیجه گیری

باتوجه به آزمایش‌ها و بررسی‌های انجام شده نتایج زیر حاصل شد:

۱. با افزایش دمای پخت در کوره الکتریکی میزان فاز اسپینل تشکیل شده افزایش می‌یابد.
۲. در نمونه‌های پخت شده در مایکروفر در زمان ۳۰ دقیقه فاز اسپینل به دست آمد؛ درحالی‌که نمونه‌های پخت شده کوره الکتریکی در مدت ۲ ساعت به میزان مشابهی از فاز اسپینل رسیدند.
۳. با افزایش درصد SiC در نمونه‌های پخت شده در کوره به علت تشکیل فازهای زودذوب مانند  $SiO_2$  دانسیته افزایش و جذب آب کاهش می‌یابد.
۴. در نمونه‌های پخت شده در مایکروفر به دلیل کوتاه بودن زمان پخت، SiC اکسیداسیون نشده و فازهای زودذوب تشکیل نشده است.
۵. SiC به علت داشتن فاکتور تلفات بالا و در نتیجه جذب قوی تر امواج مایکروویو، سبب افزایش دمای موضعی

۱۴. مرعشی پیروز، کاویانی سعید، سرپولکی حسین، ذوالفقاری علیرضا؛ اصول و کاربرد میکروسکوپ های الکترونی و روش های نوین آنالیز، انتشارات دانشگاه علم و صنعت ایران، (۱۳۸۴)، تهران، ایران.
15. Jung, Y.M. and Kim, S.W., "Microwave-Assisted Combustion Synthesis of A-Alumina and Magnesium Aluminates Spinal Nan composite Powders", *J. of Solid State Phenomena*, Vol. 119 (2007)191-194.
- Magnesia Rich Magnesium Aluminate Spinel: Effect of Alumina Reactivity", *J. of Ceramic International*, Vol. 29 (2003) 407-411.
12. Graf, R.B., Wahl F.M. and Grim, R.E., "Phase Transformation in Silica-Alumina-Magnesia", *J of American Mineralogist*, Vol. 48. (1963) 150-158.
13. Ramesh, P.D. and Brandon, D., "Use of Partially Oxidized SiC Particle Bed for Microwave Sintering of Low Loss Ceramics", *J. of Materials Science and Engineering*, Vol. 266 (1999) 211-220