

تاثیر زمان آسیاکاری و خواص رئولوژیکی در دستیابی به همگنی فازی و ریزساختاری سرامیک‌های چندبلوری ایتریم آلومینیوم گارنت

فاطمه محمدی، امید میرزایی*، محمد تجلی

دانشگاه سمنان، دانشکده مهندسی مواد و صنایع، سمنان، ایران.

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۶/۱/۲۲، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۶/۷/۱۱، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۶/۹/۲۱

چکیده در این پژوهش، سرامیک چندبلوری ایتریم آلومینیوم گارنت (YAG) با استفاده از ریخته‌گری دوغابی یک مخلوط آبی از نانوپودرهای Y_2O_3 و Al_2O_3 و تف‌جوشی بدون فشار تهیه گردید. به منظور دستیابی به بهترین زمان آسیاکاری جهت انجام ریخته‌گری، مخلوط استوکیومتری از این پودرها در محیط آبی طی زمان‌های مختلف ۱ تا ۲۰ ساعت تحت آسیاکاری گلوله‌ای قرار گرفت. مقدار بهینه پراکنده‌ساز و خواص رئولوژیکی دوغاب به ترتیب با اندازه‌گیری گرانی و به عنوان تابعی از میزان پراکنده‌ساز و نرخ برشی اندازه‌گیری شد. تترائیل اورتوسیلیکات (TEOS) به همراه دولاپیکس CE64 به ترتیب به عنوان کمک تف‌جوش و پراکنده‌ساز به مخلوط پودر اضافه گردید. سپس دوغابی حاوی ۷۰٪ وزنی بار جامد در محیط آب دیونیزه تحت آسیاکاری طی زمان‌های مختلف آگلومره‌زدایی و ریخته‌گری شد. تف‌جوشی نمونه‌ها در دمای $1710^\circ C$ به مدت ۱۲ ساعت انجام شد. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (SEM) و آزمون برانوت-امیت-تلر (BET) طی زمان‌های مختلف تهیه گردید. تأثیر زمان آسیاکاری بر چگالی نسبی خام و پخت، ترکیب فازی و ریزساختار نهایی نمونه‌ها مورد ارزیابی قرار گرفت. با توجه به این نتایج بهترین زمان آسیاکاری جهت آگلومره‌زدایی از مخلوط پودر ۱۶ ساعت به دست آمد و دوغاب تهیه شده در این زمان به علت آگلومره‌زدایی بهتر و گرانی پایین‌تر از رفتار تقریبی نیوتنی برخوردار بوده است. نتایج نشان داد که نمونه تهیه شده از سوسپانسیون آسیاکاری شده به مدت ۱۶ ساعت، چگالی خام و پخت بالاتری دارد و ریزساختار آن دارای توزیع اندازه دانه همگن‌تری است. نتایج الگوی پراش پرتوی ایکس نشان دادند که همه نمونه‌ها به صورت فاز خالص YAG می‌باشند.

کلمات کلیدی: ریخته‌گری دوغابی، ریزساختار، سرامیک چندبلوری YAG، گرانی، آسیاکاری.

The Effect of Milling Time and Rheological Properties to Achieve the Homogenize Phase and Microstructure of Poly Crystalline Yttrium Aluminum Garnet Ceramic

Fatemeh Mohammadi, Omid Mirzaee*, Mohammad Tajally

Semnan university, Department of Material engineering & Metallurgy, Semnan, Iran.

Abstract In this paper, polycrystalline yttrium aluminum garnet (YAG) ceramic was fabricated by slip casting using an aqueous mixture of Al_2O_3 and Y_2O_3 nano-powders and subsequent pressureless sintering. In order to achieve the best optimized milling time for casting, the stoichiometric ratio of raw powders were mixed in water and ball milled in different time periods ranging from 1 to 20 hr. FE-SEM images and BET test in different durations milling times were performed. The results showed that the best optimized time for achieve de-agglomerated powder mixtures is 16 hours. An optimal amount of dispersant for the suspension was found by measuring viscosity as a function of dispersant concentration. Then the powders were co-dispersed using 0.5 wt. % Tetraethyl Orthosilicate (TEOS) and 1.5 wt. % Dolapix CE64 as sintering aid and dispersant additives, respectively. 70 percent solid loading YAG slurry was prepared in deionized water, milled for different time periods, casted on the alumina molding and sintered at $1710^\circ C$ for 12 hr. The effect of ball milling time on the relative raw and final density, phase composition and final microstructure of the samples was investigated. The results showed that the samples were prepared by 16 hrs. ball milling time suspensions exhibited higher relative raw and final density and had more uniform microstructure. X-ray patterns showed that all samples were pure YAG phase

Keywords: Slip casting, Microstructure, YAG Polycrystalline Ceramic, Viscosity, Ball milling.

۱- مقدمه

عنوان پراکنده‌ساز برای پودرهای تجاری آلومینا و ایتریا استفاده کرده و سرامیک چندبلور YAG با روش ریخته‌گری دوغابی تهیه کردند. جیا و همکارانش [۱۶] به سوسپانسیونی با درصد بار جامد بالا از مخلوط پودرهای آلومینا/ ایتریا توسط پراکنده ساز Dispex A دست یافتند. یکی از مهم‌ترین مشکلات پیش رو در استفاده از فرآیند ریخته‌گری دوغابی فرآیند آگلومره زدایی پودرها با مورفولوژی و اندازه اولیه متفاوت می‌باشد به طوری که در حین آگلومره‌زدایی مورفولوژی پودرها تغییر نکند [۱۷-۱۹]. به همین علت در این پژوهش سعی شده است با استفاده از بهینه‌سازی فرآیند آگلومره‌زدایی، پارامترهای سنتز سوسپانسیون و روش ریخته‌گری دوغابی، نمونه‌های YAG با نسبت استوکیومتری تهیه شود و تأثیر پارامترهای آگلومره‌زدایی بر ریزساختار نهایی نمونه‌ها مورد بررسی قرار گیرد.

۲- روش تحقیق

نانوپودر کوراندوم ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, Baikowski SAS-) و ایتریا (Y_2O_3 , Baikowski SAS-France) تجاری با خلوص ۹۹/۹۹٪ به عنوان مواد اولیه مورد استفاده قرار گرفتند. این پودرها با نسبت استوکیومتری YAG ($\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$) توزین شدند و در محیط آبی و در زمان‌های مختلف ۲۰-۱ ساعت درون بال‌میل با گلوله‌های آلومینایی با قطر ۱۰mm (نسبت گلوله به مواد اولیه: ۳:۱) و تحت دور ۲۲۰rpm مورد سایش قرار گرفتند. به منظور سنجش نیروهای سطحی ذرات و تأثیر آن‌ها بر روی تشکیل ذرات متراکم یا آگلومرها و بررسی تغییرات اندازه ذرات مخلوط پودر اولیه در زمان‌های مختلف سایش، آنالیز BET (اندازه‌گیری سطح ویژه پودر) (Costech, Sorptometer Kelvin 1042) استفاده شد تا بتوان ارزیابی را به‌طور مستقیم از تغییرات اندازه سطح ذرات ارائه داد. جهت بررسی مورفولوژی پودر اولیه و مخلوط پودر در زمان‌های مختلف سایش، تصاویر FE-SEM (MIRA3, TESCAN) تهیه گردید. در ادامه به مخلوط تهیه شده از پودرهای اولیه، ۵٪ وزنی TEOS (تترااتیل‌اورتو سیلیکات) و ۵٪ وزنی آمونیوم پلی‌متاکریلات (دولاپیکس CE64) به ترتیب به‌عنوان کمک تف‌جوش و پراکنده‌ساز اضافه گردید. سپس سوسپانسیون

ایتريم آلومینیوم گارنت (YAG)^۱ یک سرامیک اکسیدی با خواص کاربردی و ساختاری برجسته می‌باشد. این ماده دارای استحکام دما بالای عالی و نرخ خزش کم و خواص مکانیکی مناسب است [۱]. ماده YAG به‌عنوان میزبان لیزر و پنجره شفاف IR مورد استفاده قرار می‌گیرد. در ابتدا، YAG به شکل تک‌بلور خود که با روش رشد بلور تهیه می‌شود، کاربرد داشت ولی در سال‌های اخیر کاربرد یگ از تک‌بلور آن به دلیل افزایش دسترسی به پودر با خلوص بالا و فناوری‌های فرآیندی پیشرفته به سمت استفاده از چندبلوری آن پیش رفته است. به دلیل تولید قطعات پیچیده‌تر با هزینه کمتر در سرامیک‌های چندبلوری، تقاضا برای این نوع سرامیک‌ها افزایش یافته است [۲-۷].

برای افزایش میزان عبور خطی در سرامیک‌های چند-بلوری، حذف تخلخل‌ها و فازهای ثانویه الزامی است. فازهای ثانویه اغلب در اثر ناخالصی‌ها یا انحراف از ترکیب استوکیومتری ایجاد می‌شود [۸]. در سال ۱۹۹۵، ایکسو و همکارانش^۲ [۹، ۱۰] اولین سرامیک چندبلوری Nd:YAG را از طریق واکنش حالت جامد (SSR)^۳ تولید کردند. کمی بعد از آن، کنوشیما کورپ [۱۱]^۴، سرامیک Nd:YAG را از سنتز پودر به روش هم‌رسوبی، شکل‌دهی توسط ریخته‌گری دوغابی و تف‌جوشی تحت خلاء تهیه کرد.

در دوغاب، مواد آلی، نظیر پراکنده‌سازها، پلاستی‌سایزرها و چسب‌ها و نسبت‌های بین آن‌ها برای انجام ریخته‌گری بسیار مهم است چرا که مشخصه‌های دوغاب تعیین‌کننده کیفیت بدنه‌های خام و تف‌جوش شده است [۱۲]. به‌طور کلی، بدنه‌های خام با کیفیت عالی برای تولید سرامیک‌های فوق‌العاده شفاف با کمترین میزان تخلخل، تنها در صورتی قابل دستیابی است که دوغابی با خواص رئولوژیکی مناسب و درصد بار جامد بالا مورد استفاده قرار گیرد [۱۳، ۱۴]. برخی از محققان [۱۵] از PAA و NH_4PAA به

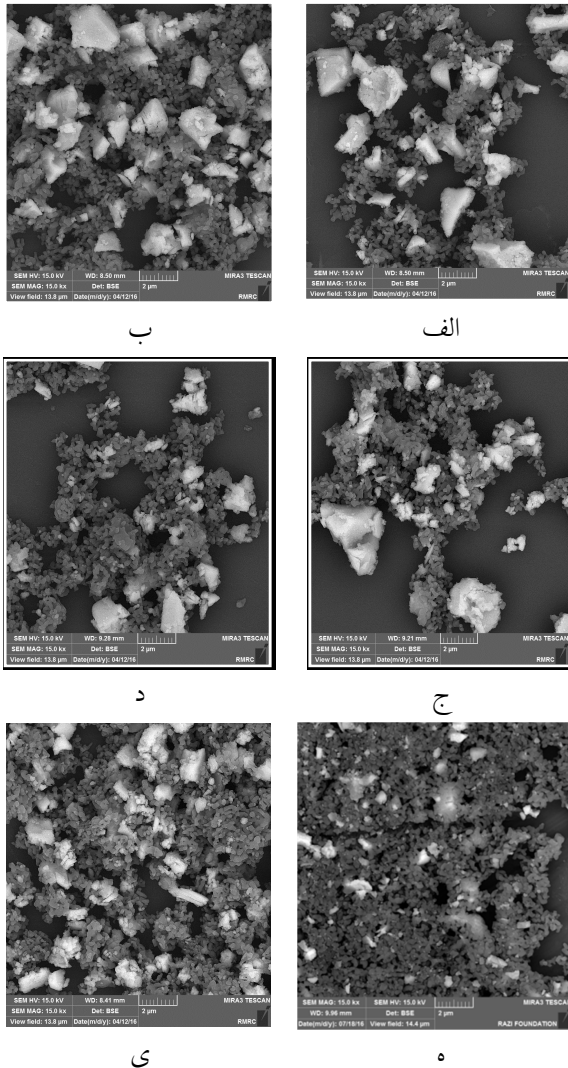
1 Yttrium Aluminium Garnet

2 Ikesue et al.

3 Solid-State Reaction

4 Konoshima Corp

ایتريا در مناطق مختلفی از تصوير تجمع پيدا کرده‌اند. افزايش بيش از حد زمان سايش (رسيدن زمان به ۲۰ ساعت)، افزايش بيشتری در سطح ويژه نسبت به ديگر زمان‌ها در تغيير سطح ويژه ايجاد نموده است (جدول ۱). بنابر اين با تغيير در سطح ويژه، نبروهای سطحی ذرات نيز دچار تغيير شده [۲۰] و ذرات دوباره به يکديگر چسبيده و باعث پديدار شدن تراکم‌هایی از ذرات شده‌اند.



شکل ۱. میکروگراف FE-SEM مخلوط پودر سايش یافته برای (الف) ۱، (ب) ۴، (ج) ۸، (د) ۱۲، (ه) ۱۶ و (ی) ۲۰ ساعت.

از آنجایی که از گلوله‌های آلومینایی برای سايش استفاده شده است و به دلیل بالاتر بودن سختی آلومینا نسبت به ایتريا، به ترتیب ۱۵/۲ و ۶ گیگاپاسکال [۲۳، ۲۲]، در نتیجه گلوله‌ها توانایی شکستن ذرات ایتريا را داشته‌اند ولی بر روی خود ذرات آلومینا تاثیر مشهودی نداشته است. به منظور مقایسه تأثیر زمان آسیاکاری بر روی مخلوط

حاوی ۷۰٪ وزنی بار جامد تهیه شد. خواص رئولوژیکی سوسپانسیون تهیه شده با اندازه‌گیری گرانروی و تنش برشی به عنوان تابعی از نرخ برشی در زمان‌های ۸، ۱۲، ۱۶ و ۲۰ ساعت آسیاکاری توسط دستگاه ویسکومتر (Brookfiled, Dv2T, آمریکا) و با استفاده از اسپیندل مدل SC4-18(18) مورد بررسی قرار گرفت. نمونه‌هایی با استفاده از دوغاب تهیه شده در زمان‌های مختلف آسیاکاری بر روی لوح آلومینایی ریخته‌گری شدند. بعد از خشک شدن در آن با دمای 110°C به مدت ۲۴ ساعت، به منظور خروج مواد آلی نمونه‌ها در دمای 600°C به مدت دو ساعت کلسینه و تفجوشی نمونه‌ها در کوره تحت اتمسفر معمولی در دمای 1710°C به مدت ۱۲ ساعت با نرخ حرارت دهی $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ انجام شد.

چگالی نمونه‌های خام و تفجوش شده با استفاده از روش غوطه‌وری ارشمیدس اندازه‌گیری شد. ترکیب فازی نمونه‌ها پس از پخت در دمای 1710°C با استفاده از آنالیز XRD (PW1800, PHILIPS) تحت سرعت 5ms ، زاویه 80° - 20° درجه و اندازه گام 0.02° درجه انجام شد. جهت بررسی ریزساختار سطح نمونه‌های تفجوشی شده، نمونه‌ها پولیش و در دمای 1560°C به مدت 0.5 ساعت تحت اچ حرارتی قرار گرفتند و تصاویر SEM از سطح و سطح شکست نمونه‌ها تهیه گردید. به منظور بررسی خواص رئولوژیکی و دستیابی به مقدار بهینه پراکنده‌ساز از دستگاه ویسکومتر برشی (Brookfiled, Dv2T, آمریکا) استفاده شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱ بررسی مخلوط پودر مواد اولیه در زمان‌های سايش مختلف

شکل ۱ میکروگراف FE-SEM مخلوط استوکيومتری مواد اولیه را در زمان‌های سايش ۱، ۴، ۸، ۱۲، ۱۶ و ۲۰ ساعت نشان می‌دهد. با توجه به مقالات، انتخاب این بازه‌های زمانی به این دلیل است که بازه‌های زمانی کمتر، تأثیر زیادی در فرآیند آگلومره‌زدایی ندارند [۲۱، ۶]. همان‌طور که مشاهده می‌شود با افزایش زمان سايش آگلومره‌های ایتريا و تا حدی آلومینا از بین رفته‌اند و این آگلومره‌زدایی تا ۱۶ ساعت ادامه دارد ولی در ۲۰ ساعت، همگنی مناسبی در توزیع ذرات دیده نمی‌شود و ذرات

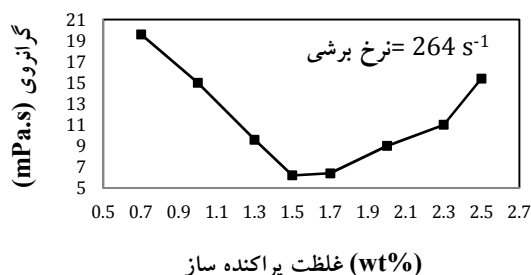
آگلومره‌های موجود در ذرات و ایجاد یکنواختی در اندازه ذرات، صرف ریزکردن اندازه ذرات ایترا شده است [۲۱] و با ریزشدن ذرات، سطح ویژه افزایش یافته که باعث تغییر در نیروهای سطحی ذرات شده است [۲۰] و در نتیجه ذرات دوباره به یکدیگر چسبیده و باعث پدیدار شدن تراکم‌هایی از ذرات شده‌اند.

جدول ۱. سطح ویژه (S_{BET}) مخلوط پودر در زمان‌های مختلف سایش.

زمان سایش	۱	۴	۸	۱۲	۱۶	۲۰
S_{BET} (m^2/g)	۱۸/۶	۱۸/۶۷	۱۸/۷۴	۱۸/۷۸	۱۸/۸۱	۲۰/۶۵

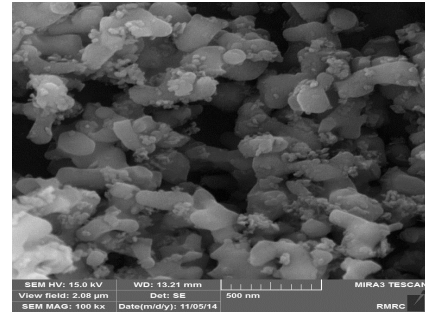
۲-۳ بهینه‌سازی مقدار پراکنده‌ساز

سوسپانسیون‌های ۶۰wt.% بار جامد با مقدار pH ثابت ۱۰/۵ با استفاده از اولتراسونیک پروبی با مقادیر دولایکس ۱، ۱/۳، ۱/۵، ۱/۷ و ۲٪ تهیه شدند. شکل ۳ ارتباط بین مقدار گرانروی با غلظت‌های مختلف پراکنده‌ساز دولایکس CE64 را نشان می‌دهد. همان‌طور که در تصویر ملاحظه می‌شود با افزایش غلظت پراکنده‌ساز تا مقدار ۱/۵٪ وزنی، گرانروی کاهش و در مقادیر بیشتر از ۱/۵٪ وزنی گرانروی افزایش یافته است در نتیجه مقدار بهینه پراکنده‌ساز ۱/۵٪ وزنی است. پراکنده‌ساز اضافی اثرات منفی بر خواص رئولوژیکی دوغاب اعمال می‌کند، به طوری که این مقدار اضافی پراکنده‌ساز به‌عنوان یک الکترولیت آزاد عمل کرده و به صورت یک لایه مضاعف با جهت‌گیری عکس نسبت به زنجیره‌های پلیمری اولیه جذب شده، روی سطح ذرات جذب می‌گردد. این موضوع می‌تواند منجر به لخته شدن ذرات شود که دلیل آن نیرو یا فشار اسمزی ایجاد شده به وسیله ممانعت فضایی زنجیره‌های پلیمری اضافی بین دو ذره نزدیک به هم که با پراکنده‌ساز پوشش داده شده‌اند، می‌باشد [۱۶].

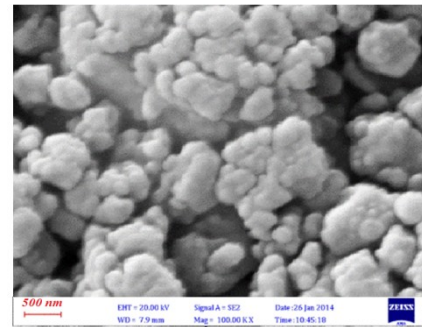


شکل ۳. گرانروی به عنوان تابعی از غلظت پراکنده‌ساز (pH=۱۰/۵).

پودر اولیه با مواد اولیه مورد استفاده، تصاویر FE-SEM از پودر مواد اولیه تهیه شد (شکل ۲). با مقایسه شکل ۱ و شکل ۲ دیده می‌شود که آسیاکاری تأثیر چندانی در آگلومره‌زدایی نانوپودر آلومینا نداشته است ولی نانوپودرهای ایترا تا حد زیادی آگلومره‌زدایی شده‌اند.



الف



ب

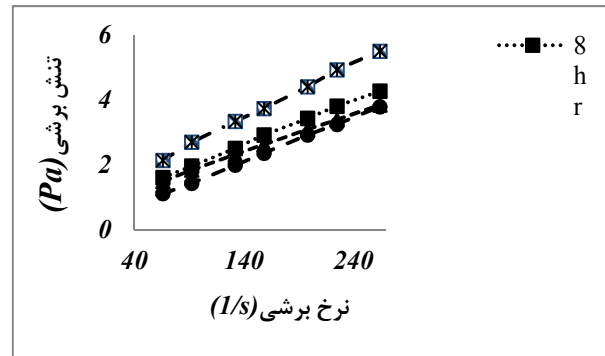
شکل ۲. FE-SEM پودرهای (الف) آلومینا و (ب) ایترا.

جدول ۱ مقادیر سطح ویژه مخلوط استوکیومتری پودر در زمان‌های مختلف آسیاکاری گلوله‌ای را نشان می‌دهد. همان‌طور که دیده می‌شود تا زمان‌های ۱۶ ساعت تغییر قابل‌توجهی در مقادیر سطح ویژه پودرهای حاصل از سوسپانسیون‌های آسیاکاری شده مشاهده نمی‌شود ولی در زمان ۲۰ ساعت سطح ویژه پودر حاصل از آسیاکاری سوسپانسیون تغییر قابل‌ملاحظه‌ای کرده است. با توجه به تصاویر FE-SEM در زمان آسیاکاری ۲۰ ساعت، علت این موضوع می‌تواند تغییر در مورفولوژی و اندازه ذرات ایترا باشد. با توجه به این‌که آزمون BET، سطح ویژه همه ذرات را اندازه‌گیری می‌کند، با ریزتر شدن ابعاد ذرات ایترا، علی‌رغم ثابت بودن ابعاد ذرات آلومینا، عدد سطح ویژه در آزمون BET افزایش یافته است.

در واقع سطح ویژه و تغییرات آن نشان می‌دهد که از یک زمانی به بعد، نیروی اعمالی در اثر سایش پس از حذف

۳-۳ بررسی خواص رئولوژیکی

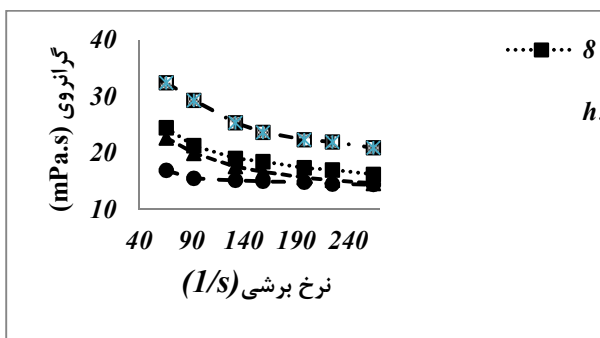
شکل ۴ ارتباط بین تنش برشی و نرخ برشی و شکل ۵ ارتباط بین گرانروی و نرخ برشی سوسپانسیون را در زمان های آسیاکاری ۸، ۱۲، ۱۶ و ۲۰ ساعت نشان می دهد.



شکل ۴. تنش برشی به عنوان تابعی از نرخ برشی.

با توجه به شکل ۴ ملاحظه می شود که در زمان آسیاکاری ۱۶ ساعت، سوسپانسیون رفتار تقریبی نیوتنی از خود نشان داده است که این رفتار نشان دهنده ی پایداری سوسپانسیون است. زیرا امکان دارد سوسپانسیونی از پایداری مناسبی برخوردار باشد اما به دلیل نیروهای بین ذره ای رفتار رئولوژیکی آن نیوتنی نباشد، اما وقتی دوغابی دارای رفتار نیوتنی باشد به معنای این است که ذرات داخل دوغاب دارای ثبات و پایداری بیشتری هستند و با داشتن این ثبات از نظر مشاهدات رئولوژیکی می توان پیش بینی کرد که ذرات از نظر بارهای سطحی و پراکندگی هم شکل مطلوبی دارند. [۶]. در زمان های آسیاکاری کمتر و بیشتر از ۱۶ ساعت، برای سوسپانسون رفتار شبه پلاستیک مشاهده می شود. در زمان های کمتر آسیاکاری، به دلیل این که که پراکنده ساز به طور کامل جذب سطح ذرات نشده است، این رفتار مشاهده می شود و در زمان بالاتر آسیاکاری، به دلیل این که ذرات شکسته شده اند و مورفولوژی و بار سطحی آن ها تغییر یافته است، آگلومراسیون مجدد در آن ها رخ داده و باعث افزایش گرانروی و رفتار شبه پلاستیک شده است. البته گاهی اوقات ذرات درشت یا آگلومره ها زودتر ته نشین شده و بار جامد در تماس با اسپیندل دستگاه ویسکومتر کمتر می شود و در نتیجه باعث کاهش گرانروی می گردد اما در این جا زمان اندازه گیری کم بوده و چون دوغاب دارای درصد بار جامد بالایی بود (۷۰٪) و ذرات و حتی آگلومره های احتمالی امکان کمتری برای ته نشینی سریع

داشته اند بنابراین حضور آن ها نمی توانست باعث کاهش گرانروی شود ولی ایجاد آگلومره ها با برهم زدن یکنواختی در سوسپانسیون باعث افزایش گرانروی شده است [۱۷،۲۱]، که تصاویر FE-SEM و آزمون BET نیز تأیید کننده این مورد بود. با توجه به شکل ۵، حداکثر میزان گرانروی و بالاترین رفتار شبه پلاستیک برای سوسپانسیون آسیاکاری شده به مدت ۲۰ ساعت می باشد. در زمان آسیاکاری ۱۶ ساعت، گرانروی به اندازه کافی پایین بوده و رفتار سوسپانسیون به صورت تقریبی نیوتنی است. در زمان های کمتر آسیاکاری نیز گرانروی افزایش یافته و رفتار شبه پلاستیک برای سوسپانسیون مشاهده می شود.



شکل ۵. گرانروی به عنوان تابعی از نرخ برشی.

۳-۴ آنالیز فازی

مقالات زیادی در ارتباط با تشکیل فاز در طول تف-جوشی پرداخته اند. به طور کلی، دست یابی به فاز خالص YAG از طریق واکنش مستقیم بین Y_2O_3 و Al_2O_3 در طول تف-جوشی ممکن نیست. به طور معمول فازهای میانی، نظیر $Y_4Al_2O_9$ (YAM) و $YAIO_3$ (YAP) در طول واکنش یافت می شوند. در دماهای بالاتر از $1400^\circ C$ ، تشکیل فاز YAG آغاز می شود [۱۰، ۲۴، ۲۵].

مراحل واکنش های تشکیل فاز YAG به صورت ذیل است [۲۶]:

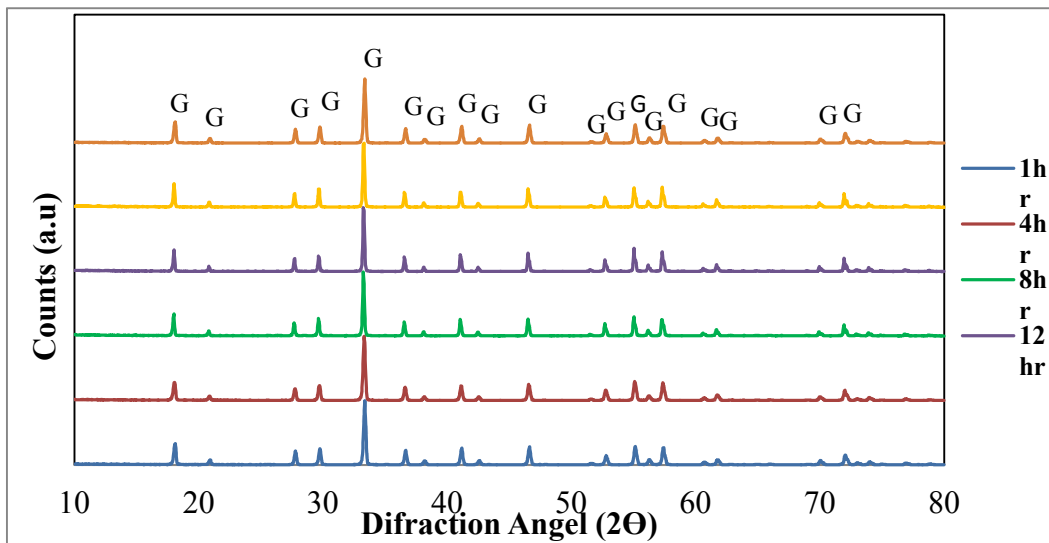
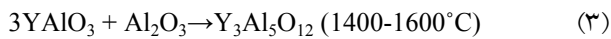


در واکنش (۱) $Y_4Al_2O_9$ با نماد YAM به دلیل تقارن بلوری مونوکلینیک آن نشان داده می شود. این تبدیل در محدوده دمای $1100-900^\circ C$ رخ می دهد [۲۶]. دومین تبدیل که در محدود دمای $1250-1100^\circ C$ انجام می شود، مربوط به تشکیل YAP می باشد ($YAIO_3$ ، ساختار پروسکایت):



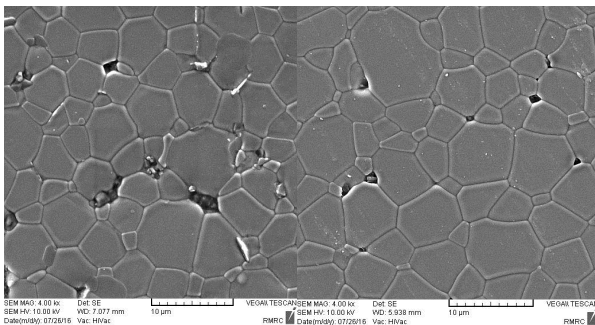
این تبدیل به طور معمول با تراکم و انقباض قابل ملاحظه‌ای همراه است. برای دماهای تف‌جوشی بالاتر از ۱۲۵۰°C، باقی‌مانده Al_2O_3 با فاز YAP واکنش داده و فاز

YAG تشکیل می‌شود:

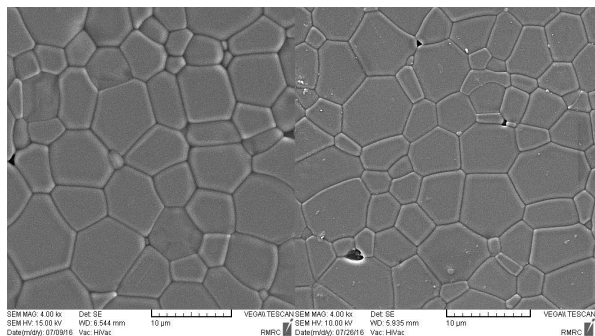


شکل ۶. تصاویر XRD نمونه‌ی ریخته‌گری شده با درصد بار جامد ۷۰٪، تف‌جوش شده در دمای ۱۷۱۰°C به مدت ۱۲ ساعت در زمان‌های آسیاکاری (الف) ۱، (ب) ۴، (ج) ۸، (د) ۱۲، (ه) ۱۶ و (ی) ۲۰ ساعت (G: فاز YAG).

مسیرهای نفوذ کوتاه تری برای انتقال جرم و تشکیل فاز مورد نیاز است در نتیجه از رشد افراطی دانه‌های جلوگیری شده است.



(الف) (ب)



(ج) (د)

شکل ۷. تصاویر SEM سطح نمونه‌های ریخته‌گری شده با درصد بار جامد ۷۰٪ و تف‌جوش شده در دمای ۱۷۱۰°C به مدت ۱۲ ساعت تحت زمان‌های آسیاکاری (الف) ۸، (ب) ۱۲، (ج) ۱۶ و (د) ۲۰ ساعت.

در این مقاله، مراحل واکنش مشابه با واکنش‌های ذکر شده در بالا رخ داده است. شکل ۶ الگوی XRD سرامیک‌های YAG تف‌جوش شده در دمای ۱۷۱۰°C به مدت ۱۲ ساعت را نشان می‌دهد. همان‌طور که ملاحظه می‌شود همه پیک‌های نمونه‌های ریخته‌گری شده در زمان‌های مختلف آسیاکاری به صورت ساختار مکعبی گارنت YAG می‌باشند. این امر نشان می‌دهد که تحول تشکیل فاز YAG به‌طور کامل در طول تف‌جوشی رخ می‌دهد.

۳-۵ آنالیز ریزساختاری

در شکل ۷ و ۸ به ترتیب تصاویر SEM مربوط به سطح و سطح شکست نمونه‌های ریخته‌گری شده با درصد بار جامد ۷۰٪ و زمان آسیاکاری متفاوت، تف‌جوش شده تحت دمای ۱۷۱۰°C به مدت ۱۲ ساعت مشاهده می‌شود.

همان‌طور که در شکل ۷ ملاحظه می‌شود تعداد حفرات باقی‌مانده با افزایش زمان آسیاکاری تا زمان ۱۶ ساعت کاهش می‌یابد. از شکل ۸ (ج) مشخص است، در زمان آسیاکاری ۱۶ ساعت، به علت این‌که ذرات اولیه آلومینا و ایتریا به‌طور همگن‌تری در نمونه‌ی اولیه پراکنده شده بودند. در هنگام تف‌جوشی و تشکیل فاز YAG، با توجه به توزیع مناسب‌تر ذرات،

افتاده است. ولی با افزایش زمان سایش تا ۲۰ ساعت، ذرات ایتریا به دلیل داشتن سختی کمتر نسبت به ذرات آلومینا شکسته شده‌اند و سطح ویژه و در نتیجه نیروی جاذبه وان‌دروالس بین آن‌ها افزایش یافته است و باعث چسبیدن ذرات به یکدیگر و ایجاد آگلومره‌های نرم شده است.

- بررسی خواص رئولوژیکی سوسپانسیون نشان داد که در زمان آسیاکاری ۱۶ ساعت، سوسپانسیون رفتار تقریبی نیوتنی و در زمان‌های کمتر و بیشتر دارای رفتار شبه‌پلاستیک بوده است.

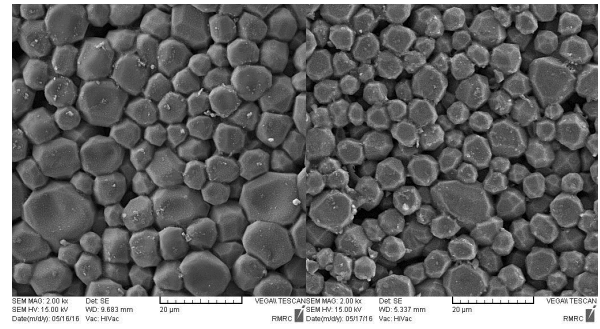
- نتایج آنالیز XRD نشان داد که همه‌ی نمونه‌ها به صورت تک‌فاز YAG بودند و فازهای میانی YAM و YAP در آن‌ها مشاهده نشد.

- از اندازه‌گیری چگالی نسبی خام و تفجوش شده نمونه‌های ریخته‌گری شده از سوسپانسیون‌های آسیاکاری شده به مدت ۱۶ و ۲۰ ساعت مشاهده شد که نمونه‌های ریخته‌گری شده از سوسپانسیون آسیاکاری شده به مدت ۱۶ ساعت دارای چگالی بالاتری بودند.

- تصاویر SEM نمونه‌های تفجوش شده در دمای 1710°C به مدت ۱۲ ساعت نشان داد که نمونه‌های ریخته‌گری شده از سوسپانسیون ۱۶ ساعت آسیاکاری شده دارای تخلخل بین‌دانه‌ای کمتر و توزیع اندازه‌ی دانه همگن‌تری بودند.

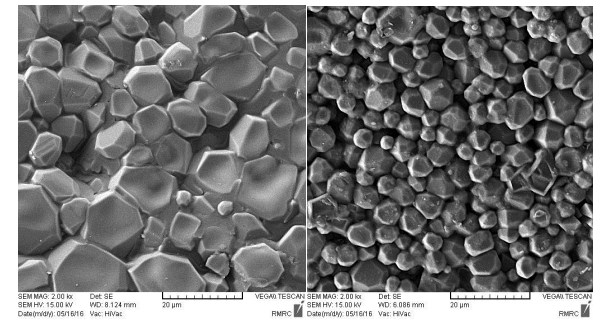
مراجع

1. Mezeix, L., and Green, D.J., Comparison of the mechanical properties of single crystal and polycrystalline yttrium aluminum garnet, *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 3(2) (2006) 166-176.
2. De la Rosa, E., Diaz-Torres, L., Salas, P., Arredondo, A., Montoya, J., Angeles, C., et al., Low temperature synthesis and structural characterization of nanocrystalline YAG prepared by a modified sol-gel method, *Optical Materials*, 27(12) (2005) 1793-1799.
3. Li, X., Li, Q., Wang, J., Yang, S., and Liu, H., Synthesis of Nd³⁺ doped nano-crystalline yttrium aluminum garnet (YAG) powders leading to transparent ceramic, *Optical Materials*, 29(5) (2007) 528-531.
4. Wen, L., Sun, X., Xiu, Z., Chen, S., and Tsai, C.-T., Synthesis of nanocrystalline yttria powder and fabrication of transparent YAG ceramics, *Journal of the European Ceramic Society*, 24(9) (2004) 2681-2688.
5. Chen, Z.H., Li, J.T., and Xu, J.J., Fabrication of high transparent YAG ceramics by vacuum sintering at low temperature, *In Trans Tech Publ*, 368 (2008) 420-422.
6. Appagyeyi, K.A., Messing, G.L., and Dumm, J.Q., Aqueous slip casting of transparent yttrium aluminum garnet (YAG) ceramics, *Ceramics International*, 34(5)



(ب)

(الف)



(د)

(ج)

شکل ۸. تصاویر SEM سطح شکست نمونه‌های ریخته‌گری شده با درصد بار جامد ۷۰٪ و تفجوش شده در دمای 1710°C به مدت ۱۲ تحت زمان‌های آسیاکاری (الف) ۸، (ب) ۱۲، (ج) ۱۶ و (د) ۲۰ ساعت (بزرگنمایی ۲۰۰۰ برابر).

ولی در نمونه‌های حاصل از آسیاکاری ۸ و ۱۲ به دلیل آگلومره‌زدایی ناقص و در زمان ۲۰ ساعت به دلیل آگلومراسیون مجدد (شکل ۷ و ۸ الف، ب و د)، توزیع ذرات اولیه همگن نیست که باعث رشد افراطی دانه‌ها شده و توزیع اندازه دانه‌ها یکنواخت نیست [۱۴، ۲۷]. مقادیر چگالی نسبی خام و نمونه‌های تفجوش شده نیز تأییدکننده همین امر است به طوری که چگالی‌های نسبی خام نمونه‌های ریخته‌گری شده تحت آسیاکاری ۱۶ و ۲۰ ساعت به ترتیب ۶۰ و ۵۴٪ و چگالی‌های نسبی پخت برای همین نمونه‌ها به ترتیب ۹۹ و ۹۵/۵٪ به دست آمد. همان‌طور که ملاحظه می‌شود نمونه‌ی که تحت آسیاکاری به مدت ۱۶ ساعت تهیه شده است از چگالی نسبی خام و پخت بالاتری برخوردار است که این موضوع نشان‌دهنده توزیع مناسب ذرات و همگنی بهتر دانه‌ها در حین تفجوشی است.

۴- نتیجه‌گیری

- تصاویر FE-SEM و آزمون BET نشان دادند که با آسیاکاری گلوله‌ای تا زمان ۱۶ ساعت، آگلومره‌زدایی اتفاق

24. Ba, X., Li, J., Pan, Y., Zeng, Y., Liu, W., Jiang, B., et al., Influences of solid loadings on the microstructures and the optical properties of Yb:YAG ceramics, *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 12(2) (2015) 418–425.
25. Boulesteix, R., Boulesteix, Maitre, A., Baumard, J.F., Salle, C., Rabinovitch, Y., Mechanism of the liquid-phase sintering for Nd:YAG ceramics, *Optical Materials*, 31(5) (2009) 711–715.
26. Lee, S.H., Kochawattana, S., Messing, G.L., Dumm, J.Q., Quarles, G., Castillo, V., Solid-State Reactive Sintering of Transparent Polycrystalline Nd: YAG Ceramics, *Journal of the American Ceramic Society*, 89(6) (2006) 1945–1950.
27. Kinsman, K. M., McKittrick, J., Sluzky, E., Hesse, K., Phase Development and Luminescence in Chromium-Doped Yttrium Aluminum Garnet (YAG:Cr) Phosphors, *Journal of the American Ceramic Society*, 77(11) (1994) 2866–2872.
28. Kong, L.B., Huang, Y., Que, W., Zhang, T., Li, S., Zhang, J., et al., *Transparent Ceramics*, Springer, 2015.
- (2008) 1309–1313.
7. Chen, Z., Li, J., Xu, J., and Hu, Z., Fabrication of YAG transparent ceramics by two-step sintering, *Ceramics International*, 34(7) (2008) 1709–1712.
8. Appiagyei, K.A., Messing, G.L., and Dumm, J.Q., Aqueous slip casting of transparent yttrium aluminum garnet (YAG) ceramics, *Ceramics International*, 34(5) (2008) 1309–1313.
9. Wang, J., Zheng, S., Zeng, R., Dou, S., and Sun, X., Microwave synthesis of homogeneous YAG nanopowder leading to a transparent ceramic, *Journal of the American Ceramic Society*, 92(6) (2009) 1217–1223.
10. Ikesue, A., Furusato, I. and Kamata, K., Fabrication of Polycrystalline, Transparent YAG Ceramics by a Solid-State Reaction Method, *Journal of the American Ceramic Society*, 78(1) (1995) 225–228.
11. Ikesue, A., Kinoshita, T., Kamata, K., and Yoshida, K., Fabrication and optical properties of high-Performance polycrystalline Nd:YAG ceramics for solid-State lasers, *Journal of the American Ceramic Society*, 78(4) (1995) 1033–1040.
12. Yagi, H., Yanagitani, T., Takaichi, K., Ueda, K., and Kaminskii, A.A., Characterizations and laser performances of highly transparent Nd³⁺:Y₃Al₅O₁₂ laser ceramics, *Optical Materials*, 29(10) (2007) 1258–1262.
13. Mouzon, J., Glowacki, E., Odén, M., Comparison between slip-casting and uniaxial pressing for the fabrication of translucent yttria ceramics, *Journal of Materials Science*, 43(8) (2008) 2849–2856.
14. Hotta, Y., Tsugoshi, T., Nagaoka, T., Yasuoka, M., Nakamura, K., Watari, K., Effect of oligosaccharide alcohol addition to alumina slurry and translucent alumina produced by slip casting, *Journal of the American Ceramic Society*, 86(5) (2003) 755–760.
15. Xu, X., Fu, R., Ferreira, J.M., Effect of homogenizing procedures on the slip casting of reaction sialon suspensions, *Ceramics International*, 30(5) (2004) 745–749.
16. Guo, W., Cao, Y., Huang, Q., Li, J., Huang, J., Huang, Z., et al., Fabrication and laser behaviors of Nd: YAG ceramic microchips, *Journal of the European Ceramic Society*, 31(13) (2011) 2241–2246.
17. Ji, X., Deng, J., Kang, B., Huang, H., Wang, X., Jing, W., et al., Fabrication of transparent neodymium-doped yttrium aluminum garnet ceramics by high solid loading suspensions, *Ceramics International*, 39(7) (2013) 7921–7926.
18. Guo, W., Huang, J., Lin, Y., Huang, Q., Fei, B., Chen, J., et al., A low viscosity slurry system for fabricating chromium doped yttrium aluminum garnet (Cr:YAG) transparent ceramics, *Journal of the European Ceramic Society*, 35(14) (2015) 3873–3878.
19. Esposito, L., Piancastelli, A., Role of powder properties and shaping techniques on the formation of pore-free YAG materials, *Journal of the European Ceramic Society*, 29(2) (2009) 317–322.
20. Lewis, J.A., Colloidal processing of ceramics, *Journal of the American Ceramic Society*, 83(10) (2000) 2341–2359.
21. Liu, J., Lin, L., Li, J., Liu, J., Yuan, Y., Ivanov, M., et al., Effects of ball milling time on microstructure evolution and optical transparency of Nd:YAG ceramics, *Ceramics International*, 40(7) (2014) 9841–9851.
22. Omura, N., Hotta, Y., Sato, K., Kinemuchi, Y., Kume, S., Watari, K., Wet jet milling of Al₂O₃ slurries, *Journal of the European Ceramic Society*, 27(2) (2007) 733–737.
23. Maiti, K., Sil, A., Preparation of rare earth oxide doped alumina ceramics, their hardness and fracture toughness determinations, *Indian Journal of Engineering and Materials Sciences*, 13(5) (2006) 443–450.