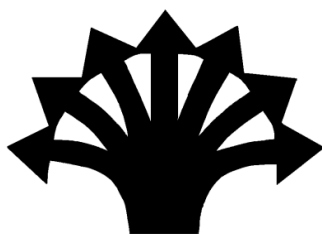


بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



پژوهشگاه مواد و انرژی

پایان نامه برای دریافت درجه کارشناسی ارشد

در رشته مهندسی مواد- سرامیک

# بهبود خواص مکانیکی و ریزساختار نانوکامپوزیت مولایت-سیلیکون کاربید به کمک فرایند سینتر دو مرحله‌ای

دانشجو:

**سید سعید میرزایی**

استاد راهنما:

**دکتر اسماعیل صلاحی**

استاد مشاور:

**دکتر تورج عبادزاده**

شهریور ماه ۱۳۹۰

# «راستش راه ما نکشند یا الاقل همه راست راه ما نکشند»

گفتند: تو که بیایی خون به پا می کنی، جوی خون به راه می اندازی و از کشته، پشته می سازی و ما را از ظهور تو ترسانند.

درست مثل اینکه حادثه‌ای به شیرینی تولد را کتمان کنند و تنها از درد زادن بگویند.

ما از همان کودکی، تو را دوست داشتیم. با همه فطرتمان به تو عشق می ورزیدیم و با همه وجودمان بی تاب آمدنت بودیم.

عشق تو با سرشت ما عجین شده بود و آمدنت، طبیعی ترین و شیرین ترین نیازمان بود.

اما ... اما کسی به ما نگفت که چه گلستانی می شود جهان، وقتی که تو بیایی.

همه، پیش از آنکه نگاه مهرگستر و دستهای عاطفه تو را توصیف کنند، شمشیر تو را نشانمان دادند.

آری، برای اینکه گل‌ها و نهال‌ها رشد کنند، باید علف‌های هرز را وجین کرد و این جز با داسی برنده و سهمگین، ممکن نیست.

آری، برای اینکه مظلومان تاریخ، نفسی به راحتی بکشند، باید پشت و پوزه ظالمان و ستمگران را به خاک مالید و نسلشان را از روی زمین برچید.

آری، برای اینکه عدالت بر کرسی بنشیند، هر چه سریر ستم‌آلوده سلطنت را باید واژگون کرد و به دست نابودی سپرد.

و اینها همه، همان معجزه‌ای است که تنها از دست تو برمی آید و تنها با دست تو محقق می شود.

اما مگر نه اینکه این‌ها همه مقدمه است برای رسیدن به بهشتی که تو بانی آنی.

آن بهشت را کسی برای ما ترسیم نکرد.

کسی به ما نگفت که آن ساحل امید که در پس این دریای خون نشسته است، چگونه ساحلی است؟!

کسی به ما نگفت که وقتی تو بیایی:

پرندگان در آشیانه‌های خود جشن می‌گیرند و ماهیان دریاها شادمان می‌شوند و چشمه‌ساران می‌جوشند و زمین چندین برابر محصول خویش را عرضه می‌کند (۱).

به ما نگفتند که وقتی تو بیایی:

دل‌های بندگان را آکنده از عبادت و اطاعت می‌کنی و عدالت بر همه جا دامن می‌گسترده و خدا به واسطه تو دروغ را ریشه‌کن می‌کند و خوی ستمگری و درندگی را محو می‌سازد و طوق ذلت و بردگی را از گردن خلائق برمی‌دارد (۲).

به ما نگفتند که وقتی تو بیایی:

ساکنان زمین و آسمان به تو عشق می‌ورزند، آسمان بارانش را فرو می‌فرستد، زمین گیاهان خود را می‌رویاند ..... و زندگان آرزو می‌کنند که کاش مردگانشان زنده بودند و عدل و آرامش حقیقی را می‌دیدند؛ و می‌دیدند که خداوند چگونه برکاتش را بر اهل زمین فرو می‌فرستد (۳).

به ما نگفتند که وقتی تو بیایی:

همه امت به آغوش تو پناه می‌آورند همانند زنبوران عسل به ملکه خویش. و تو عدالت را آنچنان که باید و شاید، در پهنه جهان می‌گستری و خفته‌ای را بیدار نمی‌کنی و خونی را نمی‌ریزی (۴).

به ما نگفته بودند که وقتی تو بیایی:

رفاه و آسایشی می‌آید که نظیر آن پیش از این نیامده است. مال و ثروت آنچنان وفور می‌یابد که هر کس نزد تو بیاید فوق تصورش را دریافت می‌کند (۵).

به ما نگفتند که وقتی تو بیایی:

اموال را چون سیل جاری می‌کنی و بخشش‌های کلان خویش را هرگز شماره نمی‌کنی (۶).

به ما نگفتند که وقتی تو بیایی:

هیچ کس فقیر نمی‌ماند و مردم برای صدقه دادن به دنبال نیازمند می‌گردند و پیدا نمی‌کنند. مال را به هر که عرضه می‌کنند، می‌گویند: بی‌نیازم (۷).

# ای محبوب ازلی و ای معشوق آسمانی!

ما بی آنکه مختصات آن بهشت موعود را بدانیم و مدینه فاضله حضور تو را بشناسیم تو را دوست می‌داشتیم و به تو عشق می‌ورزیدیم.

که عشق تو با سرشت‌ها عجین شده بود و آمدنت طبیعی‌ترین و شیرین‌ترین نیازمان بود.

ظهور تو بی‌تردید بزرگترین جشن عالم خواهد بود و عاقبت جهان را ختم به خیر خواهد کرد.

اللهم عجل لولیک الفرج

پی‌نوشتها:

۱- پیامبر اکرم صلی الله علیه و آله و سلم: مفعند ذلك تفرح الطيور فی اوکارها و الحیتان فی بحارها و تفیض العیون و تنبت الارض ضعف اکلها؛ ینابیع الموده، ج ۲، ص ۱۳۶.

۲- پیامبر اکرم صلی الله علیه و آله و سلم: یفرح الله بالمهدی عن الامه، بملا قلوب العباد عباده و یسعهم عدله، به یمحق الله الکذب و یذهب الزمان الکلب و یخرج ذل الرق من اعناقکم؛ بحار الانوار، ج ۵۱، ص ۷۵.

۳- پیامبر اکرم صلی الله علیه و آله و سلم: یحبه ساکن الارض و ساکن السماء و ترسل السماء فطرها و تخرج الارض نباتها. لاتمسک منه شیئا، یعیش فیهم سبع سنین او ثمانیا او تسعا. یتمنی الاحیاء الاموات لیرو العدل و الطمانینه و ما صنع الله باهل الارض من خیره؛ بحار الانوار، ج ۵۱، ص ۱۰۴.

۴- پیامبر اکرم صلی الله علیه و آله و سلم: یاوی الی المهدی امته کمال تاوی النحل الی یعسوبها و یسیطر العدل حتی یكون الناس علی مثل امرهم الاول، لایوقظ نائما و لایهریق دما؛ منتخب الاثر، ص ۴۷۸.

۵- پیامبر اکرم صلی الله علیه و آله و سلم: تنعم امتی فی دنیاہ نعیمًا لم تنعم مثله قط. البر منهم و الفاجر و المال کدوس یاتیہ الرجل فیحثوله؛ البیان، ص ۱۷۳.

۶- پیامبر اکرم صلی الله علیه و آله و سلم: ینیض المال فیضا و یحثو المال حثوا و لایعده عدا؛ صحیح مسلم، ج ۸، ص ۱۸۵.

۷- پیامبر اکرم صلی الله علیه و آله و سلم: ینیض فیهم المال حتی یهم الرجل بماله من یقبله منه حتی یتصدق فیقول الذی یرضه علیه: لا ارب لی به؛ مسند احمد، ج ۲، ص ۵۳۰.

تقدیم به:

پدر و مادر

و

خانواده‌ام

که در تمامی مراحل زندگی همراه و پشتیبان من بوده‌اند.

تشکر و قدردانی:

بر خود لازم می‌دانم از زحمات اساتید گرانقدرم در طول دوره کارشناسی ارشد به‌ویژه اساتید راهنما و مشاورم، جناب آقایان دکتر اسماعیل صلاحی و تورج عبادزاده که در انجام این پروژه از هیچ کمکی دریغ نکردند تشکر و قدردانی کنم.

همچنین از تمامی پرسنل پژوهشگاه مواد و انرژی، مسئولین آزمایشگاه‌ها و همکاران عزیزم و علی‌الخصوص جناب آقای دکتر رحیمی پور، ریاست محترم پژوهشکده سرامیک، که مساعدت لازم جهت حضور در آزمایشگاه را داشتند، کمال تشکر را دارم.

در نهایت از زحمات دوستان عزیزم جناب آقایان مهندس علی عسجدی و محمد حسن بارونیان و تمامی عزیزانی که به نحوی به بنده در اتمام این پروژه کمک کردند تشکر می‌کنم.

وَ مِنَ اللَّهِ التَّوْفِيقَ

میرزایی

## چکیده

در این پروژه به بررسی امکان تهیه کامپوزیت مولایت-سیلیکون کاربید به روش سینتر دو مرحله‌ای و مقایسه آن با سینتر معمولی پرداخته شده است. بدین منظور برای سینتر معمولی، نمونه‌ها در دماهای گوناگون و به مدت ۵ ساعت در هر دما سینتر شده و برای سینتر دو مرحله‌ای، مرحله اول در شرایط حرارت دهی با سرعت ثابت به منظور دستیابی به چگالی اولیه بالا و مرحله دوم با نگهداری نمونه‌ها در دمایی پایین‌تر، جهت افزایش چگالی بدون رشد دانه، انجام شده است. آزمایش‌های انجام شده برای تعیین دماهای بهینه طراحی شده‌اند. مشخص شده است که دمای ۱۶۵۰ درجه سانتی‌گراد برای مرحله اول به دلیل بیشترین سرعت تراکم مناسب است. همچنین سینتر هم‌دما در دمای ۱۵۵۰ درجه سانتی‌گراد و در مدت زمان‌های گوناگون به منظور جلوگیری از نفوذ سطحی و بهبود چگالی انجام شد. میانگین اندازه دانه نمونه‌های تقریباً چگال (۹۵ درصد چگالی تئوری) تهیه شده به روش سینتر معمولی، با استفاده از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی، حدود ۴/۸ میکرومتر محاسبه شد. به هر حال، در فرایند سینتر دو مرحله‌ای، میانگین اندازه نهایی دانه (حدود ۱/۴۵ میکرومتر) ۳/۵ مرتبه نسبت به سینتر معمولی کاهش نشان می‌دهد. علاوه بر این، استحکام خمشی سه نقطه‌ای نمونه‌های سینتر شده به روش دو مرحله‌ای در چگالی یکسان ۹۵ درصد، به دلیل اندازه دانه کوچک‌تر، تا حدود ۱۵ درصد نسبت به سینتر معمولی و از ۵۲۰ به ۶۰۰ مگاپاسکال بهبود پیدا کرده است.

**واژه‌های کلیدی:** سینتر دو مرحله‌ای، مولایت، سیلیکون کاربید، استحکام مکانیکی



۱	فصل ۱ مقدمه
۴	فصل ۲ مروری بر منابع مطالعاتی
۵	۱-۲. مولایت.....
۸	۲-۲. ساختار بلورین مولایت.....
۱۳	۳-۲. ویژگی‌های ساختاری مولایت.....
۱۳	۱-۳-۲. ویژگی‌های کشسانی.....
۱۴	۲-۳-۲. رسانش گرمایی.....
۱۴	۳-۳-۲. ضریب انبساط حرارتی.....
۱۵	۴-۳-۲. رشد بلور، انحلال و خوردگی.....
۱۶	۵-۳-۲. ویژگی‌های مکانیکی.....
۱۶	۴-۲. کاربرد سیلیسیم.....
۱۷	۱-۴-۲. تاریخچه.....
۱۹	۵-۲. برخی از ویژگی‌های کاربرد سیلیسیم.....
۱۹	۱-۵-۲. ویژگی‌های مکانیکی.....
۲۲	۲-۵-۲. رسانش الکتریکی.....
۲۲	۳-۵-۲. رسانش گرمایی.....
۲۳	۴-۵-۲. ویژگی‌های شیمیایی.....
۲۴	۵-۵-۲. اکسید شدن سیلیکون کاربرد.....
۲۸	۶-۲. کامپوزیت.....
۲۹	۱-۶-۲. طبقه‌بندی و ویژگی‌های مواد کامپوزیتی.....
۳۰	۲-۶-۲. کامپوزیت‌های زمینه مولایتی.....
۳۲	۷-۲. فرایند سینتر کردن.....
۳۳	۱-۷-۲. تئوری سینتر دو مرحله‌ای.....
۳۴	۲-۷-۲. سینتیک تراکم دو مرحله‌ای.....
۳۷	۳-۷-۲. معیار تعیین درجه حرارت سینتر.....
۳۸	۴-۷-۲. اثر سرعت گرمایش.....
۳۹	۵-۷-۲. اثر دماهای اولیه و ثانویه و زمان نگهداری در مرحله دوم.....
۴۱	۶-۷-۲. اثر ساختار بلورین.....
۴۲	۷-۷-۲. اثر ذرات فاز دوم.....
۴۴	فصل ۳ فعالیت‌های تجربی
۴۵	۱-۳. مواد اولیه.....
۴۵	۲-۳. تهیه نمونه‌ها.....
۴۶	۳-۳. سنتز مولایت.....

- ۴-۳. تهیه کامپوزیت مولایت - سیلیکون کاربید..... ۴۷
- ۵-۳. تعیین دمای اولیه سینتر ( $T_1$ )..... ۴۸
- ۱-۵-۳. تعیین چگالی نمونه‌ها به روش غوطه‌وری (ارشمیدس)..... ۴۸
- ۶-۳. تعیین دمای ثانویه سینتر ( $T_2$ )..... ۴۹
- ۷-۳. بررسی ویژگی‌های کامپوزیت..... ۴۹
- ۱-۷-۳. بررسی ریزساختار پس از عملیات حرارتی با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی..... ۴۹
- ۲-۷-۳. تعیین متوسط اندازه دانه پودر و کامپوزیت با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی... ۵۰
- ۳-۷-۳. بررسی خواص مکانیکی نمونه‌ها..... ۵۰

## فصل ۴ نتایج و بحث

### ۵۲

- ۱-۴. سنتز مولایت..... ۵۳
- ۱-۱-۴. واکنش‌های هنگام فرایند سل - ژل..... ۵۳
- 4-1-2. مطالعات آنالیز حرارتی هم‌زمان مولایت..... ۵۳
- ۳-۱-۴. بررسی الگوی پراش پرتو ایکس مولایت..... ۵۴
- ۴-۱-۴. نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی مولایت..... ۵۵
- ۲-۴. نتایج مربوط به نانو کامپوزیت مولایت - سیلیکون کاربید پیش از انجام فرایند سینتر کردن..... ۵۷
- ۱-۲-۴. بررسی فشارهای مختلف پرس..... ۵۷
- ۳-۴. نتایج مربوط به نانو کامپوزیت مولایت - سیلیکون پس از انجام فرایند سینتر کردن..... ۵۸
- ۱-۳-۴. فرایند سینتر معمولی..... ۵۸
- ۲-۳-۴. فرایند سینتر دو مرحله‌ای..... ۶۴
- ۳-۳-۴. تعیین دمای اولیه سینتر ( $T_1$ )..... ۶۴
- ۴-۳-۴. تعیین دمای ثانویه سینتر ( $T_2$ )..... ۶۸
- ۵-۳-۴. اثر زمان نگهداری در دمای ثانویه ( $T_2$ )..... ۶۹
- ۶-۳-۴. بررسی سطح شکست کامپوزیت توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی..... ۷۴
- ۴-۴. خواص مکانیکی..... ۷۵

## فصل ۵ نتیجه گیری و پیشنهادها

### ۷۸

- ۱-۵. نتیجه گیری..... ۷۹
- ۲-۵. پیشنهادات..... ۸۰

## فهرست شکل‌ها

صفحه	عنوان	
شکل ۱-۲	مولایت طبیعی. الف) تصویر سطح مقطع مولایت تشکیل شده در جزایر مال اسکاتلند. ب) تصویر SEM	
۵	مولایت تشکیل شده به صورت هیدروترمال در کوه‌های ایفل در آلمان.....	
شکل ۲-۲	تعداد انتشارات مرتبط با مولایت و سرامیک‌های مولایتی که در سال‌های ۱۹۹۴ تا ۲۰۰۳ منتشر شده	
۶	است.....	
شکل ۲-۳	سرامیک‌های مولایتی. الف) تک‌بلورهای مولایتی رشد داده شده به روش چکرالسکی. ب) ریزساختار کاملاً	
۷	متراکم سرامیک‌های مولایتی بس‌بلورین.....	
شکل ۲-۴	ساختار بلورین سیلیمانیت، الف) در جهت محور c، ب) در جهت محور a. دیده می‌شود که سیلیمانیت	
۹	مدل ساده‌ای برای نشان دادن روابط ساختاری در مولایت است.....	
شکل ۲-۵	ساختار بلورین مولایت به دست آمده از سیلیمانیت، الف) سیلیمانیت، ب) مولایت. فلش‌ها اصلاح ساختاری	
	هنگام تبدیل سیلیمانیت به مولایت را نشان می‌دهد. فلش بزرگ جهت حرکت کاتیون‌های T را نشان می‌دهد، فلش	
	ریز نقاط پل‌زنی اتم‌های اکسیژن را که در مولایت تبدیل به سه خوشه‌ای می‌شود را نشان می‌دهد. □ = جای خالی	
۱۱	اکسیژن، ج) الگوی پراش الکترونی مولایت ۲/۱ را نشان می‌دهد.....	
شکل ۲-۶	ثوابت شبکه مولایت در مقابل مقدار آلومینا موجود در مولایت.....	
۱۳	شکل ۲-۷	فرآیند رشد سوزنی شکل مولایت موازی با محور C.....
۱۵	شکل ۲-۸	نمایشی از کوره اچسون.....
۱۸	شکل ۲-۹	تغییرات استحکام دما بالای سیلیکون کاربرد.....
۲۰	شکل ۲-۱۰	مقایسه استحکام دما بالای سیلیکون کاربرد و سیلیکون نیتريد.....
۲۱	شکل ۲-۱۱	مقاومت به شوک پذیری سیلیکون کاربرد.....
۲۲	شکل ۲-۱۲	نمودار نمایشی سینتر دو مرحله‌ای.....
۳۴	شکل ۲-۱۳	پنجره سینتیکی برای رسیدن به تراکم کامل بدون رشد دانه. نقاط توپر شرایط دما و اندازه دانه مربوط به
	مرحله دوم سینتر ایتريا خالص می‌باشد. نقاط توخالی خارج از مرز بالایی، شرایط رشد دانه در مرحله دوم سینتر و	
	نقاط توخالی زیر مرز پایینی شرایطی که تراکم کامل در مرحله دوم سینتر اتفاق نمی‌افتد را نشان می‌دهند. مرزهای	
۳۵	مشابه برای ایتريا دوپ شده با ۱٪ نیوبوم (خط چین) و با ۱٪ منیزیم (نقطه چین) نشان داده شده است.....	
شکل ۲-۱۴	رابطه آرنیوسی تحرک مرزدانه بدون مانع (Grain Boundary Mobility)، نفوذ مرزدانه‌ای، تحرک	
۳۶	مرزدانه به همراه نقاط سه‌گانه (Junction Mobility).....	
شکل ۲-۱۵	تفاوت سرعت تراکم و اندازه دانه در سینتر با سرعت حرارت‌دهی ثابت برای نمونه‌ی آلومینا و ۵٪ زیرکونیا	
۳۷	.....	
شکل ۲-۱۶	منحنی سینتر دو مرحله‌ای آلومینا با سرعت‌های گرمایش متفاوت.....	
۳۹	شکل ۲-۱۷	تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌های سینتر شده (الف) ۱۲۵۰°C/0h، (ب) ۱۳۵۰°C/0h و
۴۰	(ج) ۱۲۵۰°C/4h. چگالی مربوط به هر نمونه در روی تصویر آورده شده است.....	
شکل ۲-۱۸	تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های سینتر شده به روش معمولی و دو مرحله‌ای (الف) آلومینا	
۴۱	(ب) ایتريا ۳٪ مولی زیرکونیا (ج) ایتريا ۸٪ مولی زیرکونیا.....	

- شکل ۲-۱۹- نسبت اندازه دانه‌ی به‌دست آمده از روش سینتر دو مرحله‌ای به سینتر معمولی در سرامیک‌هایی با ساختار متفاوت..... ۴۲
- شکل ۲-۲۰- ریزساختار آلومینای کاملاً متراکم تهیه شده از (الف) سینتر با سرعت حرارت دهی ثابت ( $1600^{\circ}\text{C}/\text{Oh}$ ) و (ب) سینتر دو مرحله‌ای ( $T_1=1450^{\circ}\text{C}$ ,  $T_2=1350^{\circ}\text{C}/12\text{h}$ ). داده‌های روشن که با فلش مشخص شده فاز زیرکونیا می‌باشد..... ۴۳
- شکل ۳-۱- فلوجارت سنتز کامپوزیت مولایت - سیلیکون کاربید..... ۴۶
- شکل ۳-۲- نمایش آزمون استحکام خمشی سه نقطه‌ای..... ۵۱
- شکل ۴-۱- نمودار آنالیز حرارتی هم‌زمان پودر مخلوط شده ژل پایه آلومینا و نانو سیلیس از دمای محیط تا دمای  $1400^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی‌گراد..... ۵۴
- شکل ۴-۲- الگوهای پراش پرتو ایکس ژل پایه آلومینا و نانو سیلیس کلسینه شده به مدت ۲ ساعت در دماهای (الف)  $1400^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی‌گراد و (ب)  $1500^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی‌گراد..... ۵۵
- شکل ۴-۳- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (الف) پودر مولایت سنتز شده در دمای  $1400^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی‌گراد (ب) پودر مولایت سنتز شده در دمای  $1500^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی‌گراد..... ۵۶
- شکل ۴-۴- نمودار فشار پرس بر حسب چگالی خام قطعات مولایت- سیلیکون کاربید..... ۵۷
- شکل ۴-۵- نمودار چگالی بر حسب دمای سینتر کردن کامپوزیت مولایت - ۵ درصد وزنی سیلیکون کاربید..... ۵۸
- شکل ۴-۶- نمودار چگالی بر حسب دمای سینتر کردن کامپوزیت مولایت - ۱۰ درصد وزنی سیلیکون کاربید..... ۵۹
- شکل ۴-۷- نمودار درصد تخلخل باز محاسبه شده به روش ارشمیدس بر حسب دمای سینتر..... ۶۰
- شکل ۴-۸- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی کامپوزیت مولایت- ۵ درصد وزنی سیلیکون کاربید سینتر شده در دمای (الف)  $1550^{\circ}\text{C}$ ، (ب)  $1600^{\circ}\text{C}$ ، (ج)  $1650^{\circ}\text{C}$ ، (د)  $1680^{\circ}\text{C}$  و (ه)  $1700^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی‌گراد..... ۶۳
- شکل ۴-۹- تاثیر دمای سینتر بر چگالی و اندازه دانه کامپوزیت..... ۶۴
- شکل ۴-۱۰- تغییرات سرعت تراکم و اندازه دانه در حرارت دهی با سرعت ثابت..... ۶۵
- شکل ۴-۱۱- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و اندازه دانه مربوط به مرحله اول فرایند سینتر در دماهای (الف)  $1500^{\circ}\text{C}$ ، (ب)  $1550^{\circ}\text{C}$ ، (ج)  $1600^{\circ}\text{C}$ ، (د)  $1650^{\circ}\text{C}$  و (ه)  $1680^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی‌گراد..... ۶۸
- شکل ۴-۱۲- تاثیر دمای ثانویه بر چگالی و اندازه دانه نمونه‌ها..... ۶۹
- شکل ۴-۱۳- منحنی چگالی نسبی و اندازه دانه بر حسب زمان نگهداری در دمای ثانویه نمونه‌های سینتر شده دو مرحله‌ای..... ۷۰
- شکل ۴-۱۴- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مربوط به زمان نگهداری در دمای ثانویه. (الف) ۰، (ب) ۵، (ج) ۸، (د) ۱۰، (ه) ۱۵ و (و) ۲۰ ساعت..... ۷۳
- شکل ۴-۱۵- نمونه سطح شکست کامپوزیت مولایت - سیلیکون کاربید (الف) سینتر معمولی (ب) سینتر دو مرحله‌ای..... ۷۵
- شکل ۴-۱۶- منحنی استحکام خمشی بر حسب دمای سینتر برای نمونه‌های سینتر شده معمولی..... ۷۶
- شکل ۴-۱۷- منحنی استحکام خمشی بر حسب زمان نگهداری در دمای ثانویه برای نمونه‌های سینتر شده به روش دو مرحله‌ای..... ۷۶
- شکل ۴-۱۸- منحنی استحکام خمشی بر حسب چگالی نسبی نمونه‌های سینتر شده به روش معمولی و دو مرحله‌ای..... ۷۷

## فهرست جدول‌ها

صفحه	عنوان
۷.....	جدول ۱-۲- ویژگی‌های ترمومکانیکی سرامیک‌های مولایتی و دیگر سرامیک‌های اکسیدی پیشرفته.....
۹.....	جدول ۲-۲- اطلاعات ساختاری سیلیمانیت و مولایت‌های ۲/۱ و ۳/۲.....
۱۵.....	جدول ۲-۳- ضرایب انبساط حرارتی مولایت آلائیده شده با $C_2$ و مولایت خالص.....
۱۷.....	جدول ۲-۴- ساختار بلوری و نحوه چیده شدن رایج لایه‌ها در سیلیکون کاربید.....
۲۴.....	جدول ۲-۵- مقاومت خوردگی سیلیکون کاربید در برابر محلول‌های مختلف.....
۲۷.....	جدول ۲-۶- خلاصه خصوصیات و ویژگی‌های کاربید سیلیسیم.....
۴۰.....	جدول ۲-۷- چگالی و اندازه دانه‌ی نمونه‌های آلومینای سینتر شده تحت پارامترهای مختلف فرایند سینتر دو مرحله‌ای.....
۶۴.....	جدول ۴-۱- چگالی مربوط به دماهای مختلف فرایند سینتر کردن.....

# فصل ۱

## مقدمه

تهیه کامپوزیت‌ها به منظور بهبود خواص مواد انجام می‌شود. به‌طور کلی مواد نانوکامپوزیت را می‌توان به‌عنوان مواد مرکب از بیش از یک فاز جامد که در آن حداقل یکی از فازها دارای ابعادی در محدوده نانومتر باشد، تعریف کرد. در این کار، نانوکامپوزیت مولایت (به‌عنوان فاز زمینه) و سیلیکون کاربرد (به‌عنوان فاز تقویت کننده) تهیه شده و از فرایند سینتر کردن دو مرحله‌ای برای دستیابی به چگالی بالا و اندازه دانه پایین استفاده شده است.

فرایند سینتر کردن در سرامیک‌ها به منظور دستیابی به تراکم و چگالی بالا انجام می‌پذیرد. رسیدن به این مقصود نیازمند افزایش دما و زمان در هنگام فرایند می‌باشد که این مسئله موجب ایجاد مشکلاتی مانند رشد افراطی دانه می‌شود. برای جلوگیری از رشد افراطی دانه در هنگام فرایند، راه‌های زیادی وجود دارد که یکی از جدیدترین و موثرترین آن‌ها فرایند سینتر دو مرحله‌ای است. در این روش ابتدا پودر مورد نظر تا دمای بالایی، که کمتر از دمای فرایند سینتر معمولی است، با سرعت ثابت گرم شده و پس از رسیدن به دمای مورد نظر ( $T_1$ ) به سرعت به دمایی پایین‌تر ( $T_2$ ) از آن سرد شده و در آن دما برای مدت زمان معینی نگه داشته می‌شود تا سیستم به چگالی مورد نظر برسد. در این روش با حفظ نفوذ مرزدانه‌ای از مهاجرت مرزدانه جلوگیری خواهد شد. بنابراین می‌توان به ریزساختاری با چگالی بالا و اندازه دانه‌ی پایین دست پیدا کرد.

مولایت و سیلیکون کاربرد به دلیل ویژگی‌های مکانیکی دما بالا و مقاومت شیمیایی، دو ماده مهم در زمینه سرامیک‌های مهندسی محسوب می‌شوند. اما، هر دوی این مواد از چقرمگی شکست ضعیف رنج می‌برند که کاربرد آن‌ها را در زمینه‌های گوناگون محدود می‌کند. از آن‌جا که ضریب انبساط حرارتی مولایت و سیلیکون کاربرد بسیار نزدیک به یکدیگر است (مولایت:  $5/4 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ ، سیلیکون کاربرد:  $4/7 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ )، می‌توان از این دو ماده برای تشکیل کامپوزیت استفاده کرد که چقرمگی شکست آن به‌طور قابل ملاحظه‌ای بالاتر از هر دوی آن‌ها است. با این حال، ساخت کامپوزیت متشکل از سیلیکون کاربرد و مولایت، تا حدی دشوار بوده و همچنین برای جلوگیری از اکسیداسیون سیلیکون کاربرد باید همواره در اتمسفر خنثی باشد. فرایندهای متعارف تهیه این کامپوزیت شامل پرس گرم و پرس ایزواستاتیک گرم می‌باشد. در این پروژه از فرایند سینتر کردن دو مرحله‌ای برای بهبود ریزساختار و خواص مکانیکی نانوکامپوزیت مولایت - سیلیکون کاربرد استفاده شده است. نتایج به‌دست آمده از میکروسکوپ الکترونی روبشی و استحکام خمشی سه نقطه‌ای نشان می‌دهد که با

به کارگیری این روش، علاوه بر کاهش اندازه دانه و بهبود رفتار سینتر کردن نسبت به سینتر معمولی، استحکام مکانیکی کامپوزیت نیز بهبود یافته است.

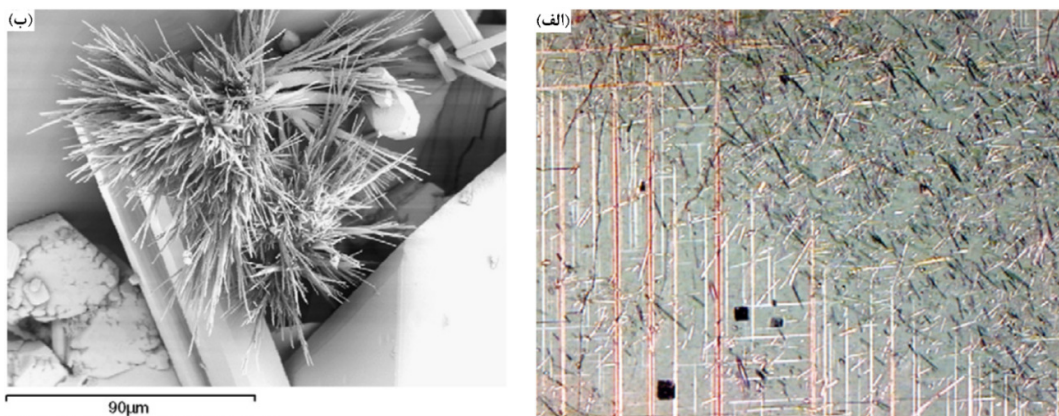


## فصل ۲

مروری بر منابع مطالعاتی

## ۲-۱. مولایت

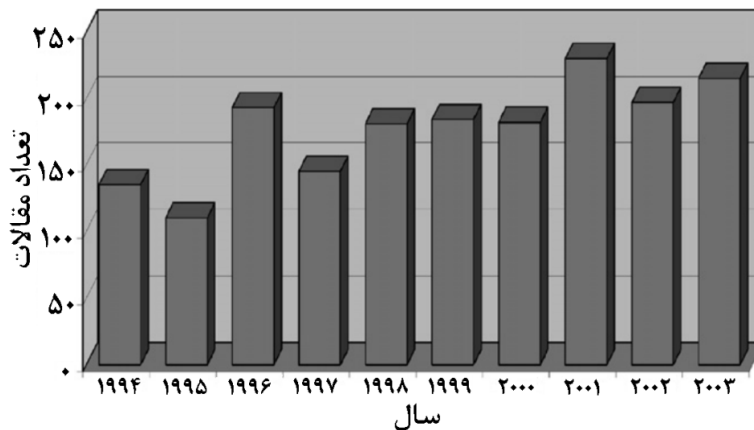
به علت دمای بالا و شرایط تشکیل در فشار پایین، مولایت به ندرت در طبیعت یافت می‌شود. بدین جهت آن را مولایت نامیدند که نخستین بار در جزیره مول<sup>۱</sup> واقع در شمال کشور اسکاتلند مقادیری از آن یافت شد [۱]. در آنجا مخلوط شدن ماگمای<sup>۲</sup> مذاب با خاکسترهای غنی از آلومینا باعث تشکیل مواد مولایت ماندگی شده است [۲]. در شکل ۲-۱ مولایت‌هایی که به صورت طبیعی به وجود آمده است دیده می‌شود.



شکل ۲-۱- مولایت طبیعی. الف) تصویر سطح مقطع مولایت تشکیل شده در جزایر مال اسکاتلند. ب) تصویر SEM مولایت تشکیل شده به صورت هیدروترمال در کوه‌های ایفل در آلمان [۳]

برخلاف تشکیل اندک مولایت به صورت صخره‌های طبیعی، این ماده شاید یکی از مهم‌ترین فازها در ساخت سرامیک‌های سنتی و پیشرفته باشد. اهمیت مولایت و سرامیک‌های مولایتی توسط تعداد انتشاراتی که در سال‌های اخیر چاپ شده است، به اثبات می‌رسد (شکل ۲-۲).

<sup>1</sup> Mull  
<sup>2</sup> Magma



شکل ۲-۲- تعداد انتشارات مرتبط با مولایت و سرامیک‌های مولایتی که در سال‌های ۱۹۹۴ تا ۲۰۰۳ منتشر شده است [۳]

اهمیت قابل توجه تکنیکی و علمی مولایت عبارتند از:

- پایداری گرمایی بالای آن و ویژگی‌های مطلوبی مانند ضریب انبساط حرارتی پایین و رسانش گرمایی کم [۴]، مقاومت خزش بالا [۵] و مقاومت به شوک حرارتی عالی [۶] همراه با استحکام و چقرمگی مناسب [۷]، پایداری شیمیایی و حرارتی خوب [۸]. برخی از ویژگی‌های مولایت در مقایسه با سایر اکسیدهای سرامیکی در جدول ۱-۲ آورده شده است.
- مواد اولیه مورد نیاز جهت تولید مولایت (مانند آلفا آلومینا و سیلیس، آلومینوسیلیکات‌های ترکیب‌های  $Al_2SiO_5$ ، سیلیمانیت، آندالوزیت<sup>۱</sup>، کیانیت<sup>۲</sup> و مواد دیگر) در مقادیر زیاد بر روی زمین در دسترس هستند.
- توانایی تشکیل بلورهای مخلوط در محدوده وسیعی از نسبت  $Al_2O_3/SiO_2$  و جا دادن انواع زیادی از کاتیون‌ها در ساختار بلورین.

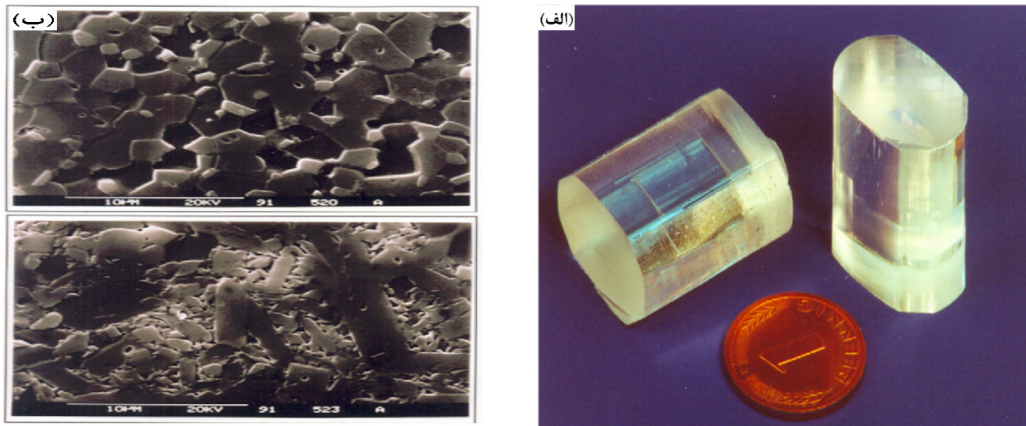
<sup>۱</sup>Andalusite

<sup>۲</sup>Kyanite

جدول ۲-۱- ویژگی‌های ترمومکانیکی سرامیک‌های مولایتی و دیگر سرامیک‌های اکسیدی پیشرفته [۳]

ماده	واحد	تیالیت	اسپینل	آلومینا	زیرکونیا	مولایت
ترکیب		$Al_2O_3.TiO_2$	$MgO.Al_2O_3$	$Al_2O_3$	$ZrO_2$	$3Al_2O_3.2SiO_2$
دمای ذوب	$^{\circ}C$	۱۸۶۰	۲۱۳۵	۲۰۵۰	۲۶۰۰	~۱۸۳۰
چگالی	$g.cm^{-1}$	۳/۶۸	۳/۵۶	۳/۹۶	۵/۶۰	~۳/۲
انبساط حرارتی خطی	$^{\circ}C \times 10^{-6}$	~۱	۹	۸	۱۰	~۴/۵
رسانش گرمایی	$Kcal m^{-1} h^{-1} .^{\circ}C^{-1}$	۲۰ $^{\circ}C$	۱/۵-۲	۱۳	۲۶	۶
		۱۴۰۰ $^{\circ}C$	۲/۵	۴	۴	۳
استحکام	MPa	۳۰	۱۸۰	۵۰۰	۲۰۰	~۲۰۰
چقرمگی شکست	$MPa.m^{0.5}$			~۴/۵	~۲/۴	~۲/۵

مولایت و سرامیک‌های مولایتی تنوع زیادی، از تک بلورهای رشد یافته از روش چکرالسکی تا سرامیک‌های بس‌بلورین<sup>۱</sup> و چندفازی و از محصولات بسیار بزرگ دیرگداز تا اجزای بسیار ریز مهندسی با خلوص و همگنی بالا (شکل ۲-۳)، دارند. به‌طور کلی سرامیک‌های مولایتی را به سه نوع سرامیک‌های مولایتی یکپارچه<sup>۲</sup>، پوشش‌های مولایتی<sup>۳</sup> و کامپوزیت‌های زمینه مولایتی<sup>۴</sup> تقسیم‌بندی می‌کنند [۳].



شکل ۲-۳- سرامیک‌های مولایتی. الف) تک‌بلورهای مولایتی رشد داده شده به روش چکرالسکی.

ب) ریزساختار کاملاً متراکم سرامیک‌های مولایتی بس‌بلورین [۳]

<sup>1</sup> Polycrystalline

<sup>2</sup> monolithic mullite ceramics

<sup>3</sup> mullite coatings

<sup>4</sup> mullite matrix composites