

## ساخت آلومینای شفاف با استفاده از کمک تفجوش‌های اکسید منیزیم و اکسید لانتانیم به روش تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای

معصومه شهریاری، حسین جمالی، حجت اله منصور، محمدرضا لقمان استرکی\* و مهران سرداریان

مجتمع علم مواد و مواد پیشرفته الکترومغناطیس، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، ایران

(تاریخ دریافت: ۱۴۰۱/۹/۱۶؛ تاریخ پذیرش: ۱۴۰۱/۱۲/۱۴)

**چکیده:** در این پژوهش، ساخت آلومینای شفاف با استفاده از روش تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای انجام شد. دو نوع پودر آلفا و گاما آلومینا با اندازه ذرات به ترتیب (۲۰۰ و ۵۰ نانومتر) مورد استفاده قرار گرفت. کمک تفجوش‌های مورد استفاده در این پژوهش، نیتراک منیزیم و نیتراک لانتانیم بود که هر کدام به میزان ۱۰۰ ppm با استفاده از فرایند رسوب شیمیایی استفاده شدند. عملیات کلسینه کردن در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد انجام شد و پودرهای حاصله تحت تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد با نرخ ۵۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه، به مدت ۱۵ دقیقه ماندگاری و فشار ۷۰ مگاپاسکال قرار گرفتند. به منظور فازبندی قبل و بعد از تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای، آنالیز پراش پرتو ایکس انجام شد و بررسی ریخت پودرها و ریزساختار نمونه‌های تفجوشی شده، با استفاده از آنالیز میکروسکوپی الکترونی رویشی صورت گرفت. چگالی بالک در نمونه آلفا ۳/۹۴ گرم بر سانتی متر مکعب و در نمونه گاما ۳/۹ گرم بر سانتی متر مکعب حاصل شد. آزمون عبور مرئی-فرابنفش نشان‌دهنده ۲۰ درصد عبور در نمونه آلومینای آلفا بود. میزان عبور فرورسوخ در نمونه آلفا، ۶۵ درصد و گاما، ۲۵ درصد حاصل شد. نمونه آلفا آلومینا از درصد عبور و چگالی بالاتر در مقایسه با گاما برخوردار بود.

واژه‌های کلیدی: آلومینای آلفا و گاما، تفجوشی جرقه‌ای پلاسمای شفافیت، درصد عبور، کمک تفجوش.

## Fabrication of Spark Plasma Sintered Spark Plasma Sintered Transparent Alumina Using Magnesium Oxide and Lanthanum Oxide as Sintering-Assisted

M. Shahriari, H. Jamali, H. Mansouri, M. R. Loghman Estarki\* and M. Sardarian

Materials Science and Advanced Electromagnetic Materials Complex, Malek Ashtar University of Technology, Iran

### ABSTRACT

In this research, the fabrication of transparent Alumina was done by spark plasma sintering (SPS). Two types of alpha

\* مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: mlrestarki@mut-es.ac.ir

and gamma Alumina powders with particle size of 200 and 50 nm were used, respectively. The sintering assisted materials used in this research were magnesium nitrate and lanthanum nitrate, each of which was used 100 ppm using a chemical precipitation process. Calcination was performed at 800°C and the resulting powders were subjected to SPS at 1500 °C with a rate of 50 °C/min for 15 minutes under a pressure of 70 MPa. The phase composition was analyzed by X-ray diffraction (XRD) before and after SPS. The morphology of the powders and the microstructure of the sintered samples were studied using scanning electron microscopy (SEM). The bulk density was obtained to be 3.94 gr/cm<sup>3</sup> and 3.9 gr/cm<sup>3</sup> in the alpha and gamma samples, respectively. The UV-Visible transmission test showed 20% transmission in the alpha alumina sample. The amount of IR transmission in the alpha and gamma samples was obtained to be 65% and 25%, respectively. The alpha alumina sample had a higher transmission percentage and density compared to the gamma sample.

**Keywords:** Alpha and Gamma Alumina, Spark Plasma Sintering, Transparency, Transmission percentage, Sintering assisted.

## ۱- مقدمه

۶۴۰ نانومتر افزودن (۲۰۰-۳۰۰ ppm) منیزیا، ایتریا، زیرکینیا و لانتانیا با استفاده از روش رسوب دهی شیمیایی، به پودر آلومینا منجر به افزایش چگالی و افزایش درصد عبور شده است (۳). در میان انواع روش های تفجوشی، در تولید سرامیک های شفاف فرایند تفجوشی پلاسمای جرقه ای به صورت گسترده در کمترین زمان و با حداکثر تراکم در نمونه مورد استفاده قرار گرفته (۶)، به طور مثال رئوسل با استفاده از تفجوشی پلاسمای جرقه ای و افزودنی های زیرکینیا (۲۰۰ ppm)، ایتریا (۲۰۰ ppm) و منیزیا (۳۰۰ ppm) در آلومینای چند بلوره به بالای ۴۰ درصد عبور در طول موج ۶۴۰ نانومتر دست یافت (۷). از جمله عوامل تأثیرگذار بر شفافیت، کاهش مراکز پراکندگی نور از جمله تخلخل هاست در این مورد، استوثر اظهار کرد درصد تخلخل در نمونه دارای عوامل افزودنی (منیزیا، ایتریا، لانتانیا) ۵۰ درصد کمتر از نمونه آلفا آلومینا خالص شده است (۸). در فرایند تفجوشی جرقه ای پلاسمای پارامترهایی از جمله: نرخ گرمایش، مدت زمان نگهداری، دمای تفجوشی و فشار بر شفافیت نمونه مورد بررسی بسیار تأثیرگذار است. پژوهش های یانگ نشان داد که با افزایش زمان نگهداری در طول تفجوشی، رشد دانه آلومینا بیشتر، مناطق مرزدانه کمتر و بسته شدن تخلخل ها صورت گرفته است و درصد عبور نور در طول موج ۸۰۰-۳۰۰ نانومتر، از ۴۰ درصد به ۸۶ درصد رسیده است (۹). با توجه به اهمیت اندازه ذرات آلومینا و همچنین نوع فاز (آلفا، گاما و ...) و عدم بررسی این متغیرها در قطعات تفجوشی پلاسمای

اکسید آلومینیوم عایق الکتریکی است اما دارای رسانایی گرمایی نسبتاً بالایی است که این رسانایی گرمایی با دما تغییر پیدا می کند. به دلیل بالا بودن نقطه ذوب آلومینا این ماده مقاومت و ثبات حرارتی بالایی دارد. سختی بالای کربندوم باعث شده است تا این ماده به عنوان یک جزء مناسب برای کاربردهای سایند و ابزارهای برش باشد. این طبقه بندی پس از الماس، آلومینا در رتبه دوم قرار دارد (۵-۱). همچنین استفاده از آلومینای تک بلور به دلیل عبور بالای ۹۰ درصد آن در محدوده فرسوخ درزمینه پنجره ها و کلاهک های مادون قرمز و کاربردهای نظامی و پوشش لامپ ها مورد توجه قرار گرفته است اما تولید سرامیک های شفاف، با استفاده از آلومینای تک بلور، به دلیل خواصی از جمله دو شکستی نور<sup>۱</sup> و خواص مکانیکی ضعیف نظیر ترد بودن و مقاومت به ضربه کم، هزینه بسیار بالا، با وجود شفافیت بسیار بالای این نوع سرامیک ها کمتر مورد توجه قرار گرفته است (۶-۴). استفاده از آلومینای چند بلور به طور گسترده مورد بررسی قرار گرفته است. در شفاف سازی آلومینا، استفاده از کمک -تفجوش های اکسید منیزیم (منیزیا)، اکسید لانتانیم (لانتانیا)، اکسید زیرکونیم (زیرکینیا) و اکسید ایتریم (ایتریا) و سایر عناصر نادر خاکی توصیه شده است. این عناصر هم به صورت نمک و هم به صورت اکسیدی در فرایندهای تولید از جمله: رسوب شیمیایی و آسیاب کاری مورد استفاده قرار گرفته است. در تحقیقات گذشته آپتز، نشان داد که در طول موج

و اندازه گام  $0.03^\circ$  درجه انتخاب شد. آنالیز میکروسکوپی نوری نمونه‌ها، به‌منظور بررسی مرزخانه‌ها و دانه‌های آلومینا با استفاده از میکروسکوپ نوری مدل PMEB, OLYMPIC، انجام شد. بررسی‌های ساختاری نمونه‌های حاصل از فرایند رسوب شیمیایی و نمونه‌های تفجوشی شده بدون کمک تفجوش و همراه با کمک تفجوش، توسط میکروسکپ الکترونی روبشی گسیل میدانی مدل (FEI, Eindhoven, the Netherlands) انجام شد. چگالی نمونه‌های تفجوشی شده به روش ارشمیدس مورد ارزیابی قرار گرفت. آزمون عبور نور مرئی - فرابنفش در طول موج  $200-800$  نانومتر با استفاده از دستگاه Ray Leigh UV-1600 انجام شد. آزمون عبور فرسرخ با استفاده از طیف‌سنجی فرسرخ تبدیل فوریه ( Infracum FT-08, LUMEX) بررسی شد. هیستوگرام توزیع اندازه ذرات قبل و بعد از تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای با استفاده از نرم‌افزار Anix Emica از روی قطر ذرات رسم شد.

### ۳- نتایج و بحث

الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به پودر آلفا و گاما آلومینا بعد از رسوب شیمیایی و کلسینه شدن در دمای  $800^\circ\text{C}$  درجه سانتی‌گراد در شکل (۱) ارائه شده است. الگوی پراش آلومینای  $200$  نانومتر منطبق بر قله‌های آلفا- آلومینا (با کارت پرتو ایکس  $010-0173$ ) و پارامتر شبکه  $b = a = 0.47544$  نانومتر و  $c = 1/297$  نانومتر است. ساختار بلوری آن به‌صورت رومبوهدرال یا هگزاگونال است. الگوی پراش آلومینای  $50$  نانومتر منطبق بر پیک‌های فاز گاما (با کارت پرتو ایکس  $210-6761$ ) و پارامتر شبکه  $b = a = c = 0.34100$  نانومتر است. شبکه بلوری گاما- آلومینا به‌صورت مکعبی است.

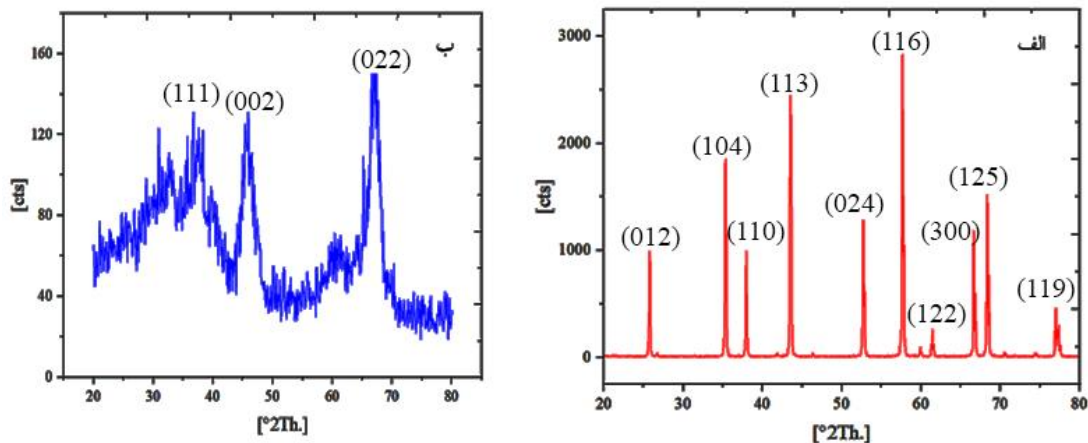
الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌های حاصل پس از تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای در دمای  $1500^\circ\text{C}$  درجه سانتی‌گراد در شکل (۲) ارائه شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، الگوی پراش آلفا آلومینا با کارت پراش پرتو ایکس  $1124$  و گاما آلومینا با کارت پراش  $1303$  مطابقت دارد. شدت پراش‌های

جرقه‌ای شده در این پژوهش به بررسی تأثیر اندازه ذرات مختلف و فاز آلومینا بر شفافیت سرامیک ساخته شده با تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای پرداخته شده است. استفاده از عوامل کمک تفجوش نیترا ت منیزیم و نیترا ت لانتانیم در تحقیقات گذشته به میزان  $(200-500 \text{ ppm})$  استفاده شده است (۱۶-۱۲)، از این جهت در این پژوهش با استفاده از  $(200 \text{ ppm})$  کمک تفجوش منیزیا و لانتانیا شفافیت مورد مقایسه قرار گرفته است.

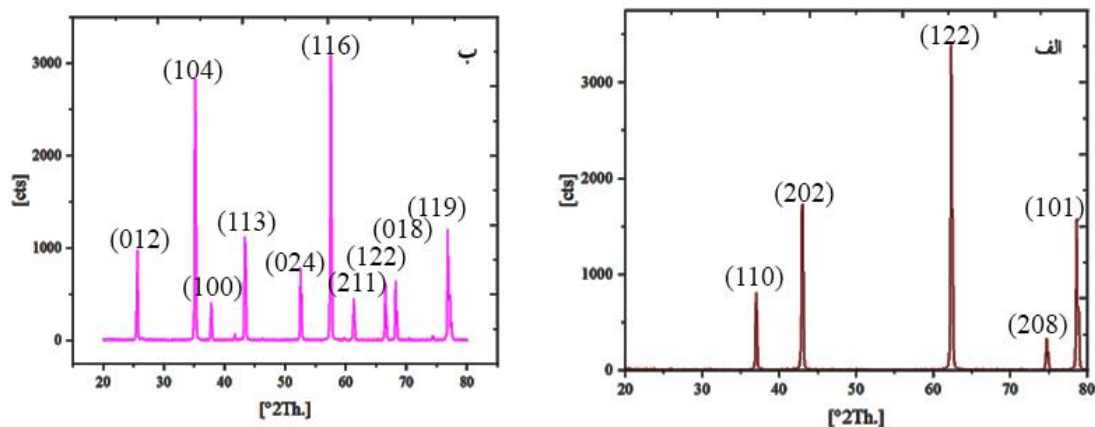
### ۲- مواد و روش تحقیق

در این پژوهش، از پودرهای آلفا آلومینا  $200$  نانومتر، گاما آلومینا  $50$  نانومتر با خلوص بالا ( $99/99$  درصد) بهره گرفته شد. توزین عوامل کمک تفجوش با استفاده از ترازوی چهار رقم اعشار (sartorius TE214S) صورت گرفت. فرایند رسوب شیمیایی با استفاده از کمک تفجوش‌های نیترا ت منیزیم و نیترا ت لانتانیم انجام شد به این صورت که ابتدا نیترا ت منیزیم و نیترا ت لانتانیم به‌طور کامل در آب دیونیزه حل شدند. سپس با افزودن آمونیاک و تنظیم pH به  $9/5$  و رسوب یون‌های منیزیم و لانتانیم، پودر آلومینا آهسته‌آهسته به محلول اضافه شد و بعد از  $24$  ساعت، دوغاب کاملاً همگن شد. دوغاب حاصله در خشک‌کن در دمای  $80^\circ\text{C}$  درجه سانتی‌گراد به مدت  $8$  ساعت کاملاً خشک شد و پودر به‌دست آمده در دمای  $800^\circ\text{C}$  درجه سانتی‌گراد تحت عملیات کلسینه شدن قرار گرفت. تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای در دمای  $1500^\circ\text{C}$  درجه سانتی‌گراد با نرخ گرمایشی  $50^\circ\text{C}$  درجه سانتی‌گراد بر دقیقه به مدت  $15$  دقیقه زمان ماندگاری در این دما و فشار  $70$  مگاپاسکال صورت گرفت. سیکل تفجوشی مشابه سایر پژوهش‌ها انجام شد (۲) و (۱۲).

آزمون پراش سنجی پرتوی ایکس با استفاده از دستگاه مدل X'Pert Pro MPD، ساخت شرکت Panalytical هلند انجام شد. تیوب پرتو ایکس مورد استفاده از نوع مسی با طول موج  $1.542$  انگسترم، ولتاژ کاری  $40$  کیلوولت، جریان  $25$  میلی‌آمپر



شکل ۱- الگوی پراش پرتو ایکس پودرهای: الف) آلفا آلومینا، ب) گاما آلومینا، قبل از فرایند تفجوشی پلاسما جرقه‌ای.



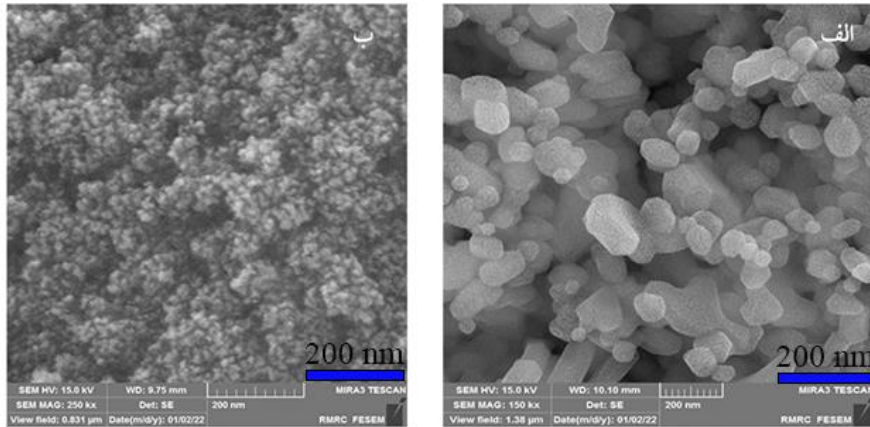
شکل ۲- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های: الف) آلفا آلومینا ب) گاما آلومینا، به همراه کمک تفجوش‌های اکسید منیزیم و اکسید لانتانوم، بعد از فرایند تفجوشی پلاسما جرقه‌ای.

آلفا آلومینا به صورت شبه کروی و در پودر گاما آگلومره شدن و به هم چسبیدن ذرات به دلیل ریز بودن اندازه ذرات وجود دارد. شکل پودر گاما به صورت کروی است. مطابق با هیستوگرام توزیع اندازه ذرات در شکل (۴)، بیشترین درصد فراوانی در پودر آلفا و گاما کمتر از ۱۰۰ نانومتر را شامل شده است که نشان‌دهنده قرارگیری ذرات کمک تفجوش بر روی ذرات آلومینا است.

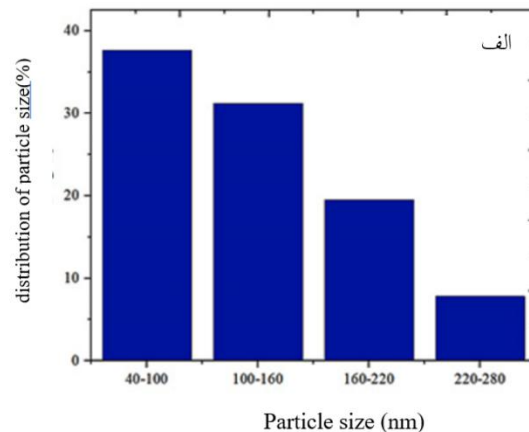
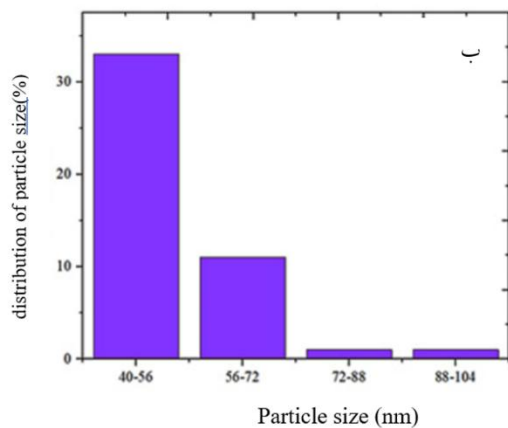
مطابق شکل (۵- الف و ب)، به دلیل فرایند تفجوشی پلاسما جرقه‌ای و نفوذ گرافیت در سطح دانه‌های سیاه‌رنگ نیز دیده شده است. سطح هر دو نمونه تیره شده است. به منظور

مربوط به فاز آلفا و گاما بعد از انجام عملیات تفجوشی افزایش یافته است. فاز گاما بعد از فرایند تفجوشی به فاز آلفا تبدیل شده است. مطابق با تحقیقات گذشته، در دمای ۸۰۰-۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد فاز گاما به فاز آلفا تبدیل خواهد شد. در آنالیز پراش پرتو ایکس این نمونه‌ها، هیچ نوع فاز اضافی یا تجزیه شده مشاهده نشد.

عکس‌های میکروسکوپی الکترونی روبشی از پودر آلفا آلومینای ۲۰۰ نانومتر و گاما-آلومینای ۵۰ نانومتر بعد از افزودن کمک تفجوش‌های اکسید منیزیم و اکسید لانتانوم در فرایند رسوب شیمیایی در شکل (۳) نشان داده شده است. شکل پودر



شکل ۳- عکس‌های میکروسکوپی الکترونی روبشی پودرهای: الف) آلفا آلومینا ب) گاما آلومینا، همراه کمک تفجوش، رسوب شیمیایی شده.

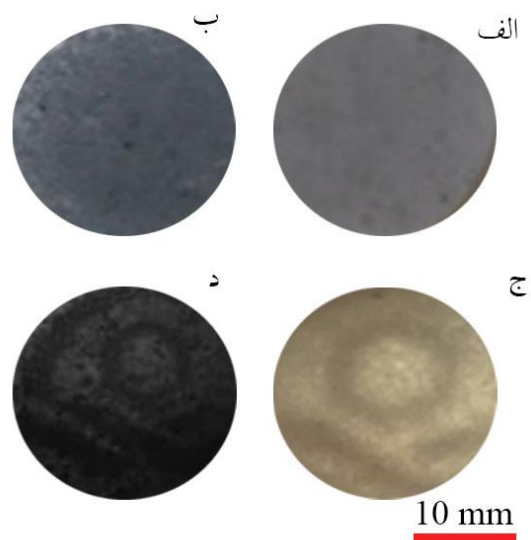


شکل ۴- هیستوگرام توزیع اندازه ذرات پودر: الف) آلفا آلومینا ب) گاما آلومینا، بعد از رسوب شیمیایی.

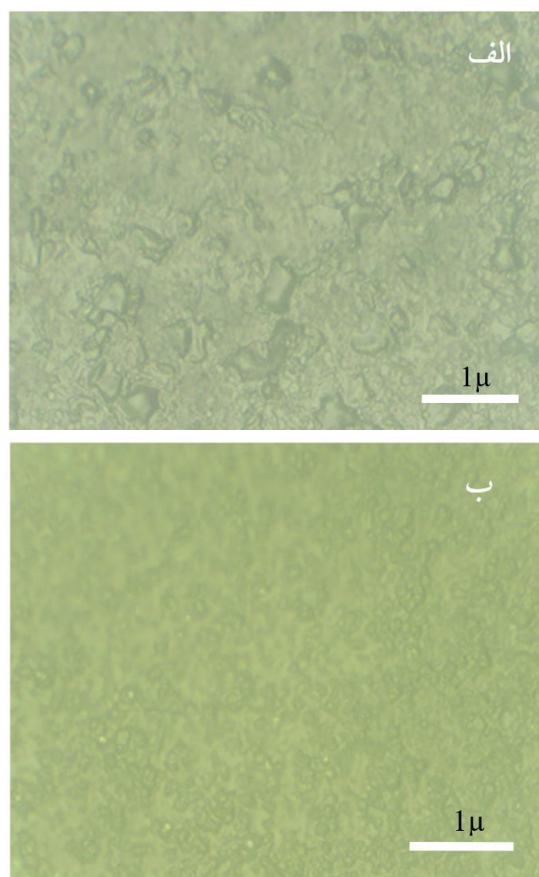
اندازه‌گیری چگالی توده به روش ارشمیدس ابتدا وزن خشک نمونه را اندازه‌گیری کرده (W1) سپس نمونه را در آب غوطه‌ور ساخته (به روش ارشمیدس) و وزن غوطه‌وری آن را اندازه‌گیری می‌کنیم (W2) و با استفاده از رابطه (۱) میزان چگالی بالک را محاسبه می‌کنیم.

$$\rho = \frac{W1 - W2}{W1} \quad (1)$$

بر طبق جدول (۱)، نتایج چگالی بالک این نمونه‌ها، کمتر از چگالی تئوری آلفا آلومینا که وجود تخلخل‌ها و حفرات در سطح مقطع شکست هر دو نمونه را نشان می‌دهد. کنترل اندازه تخلخل و همگن بودن ریزساختار از عوامل مهم و تأثیرگذار در ساخت سرامیک‌های شفاف آلومینایی است. اگر قطر تخلخل‌ها هم‌اندازه با طول موج ورودی باشد، در آن طول موج بیش‌ترین



شکل ۵- نمونه‌های تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای شده: الف) آلفا ب) گاما بدون کمک تفجوش ج) آلفا د) گاما همراه با کمک تفجوش.



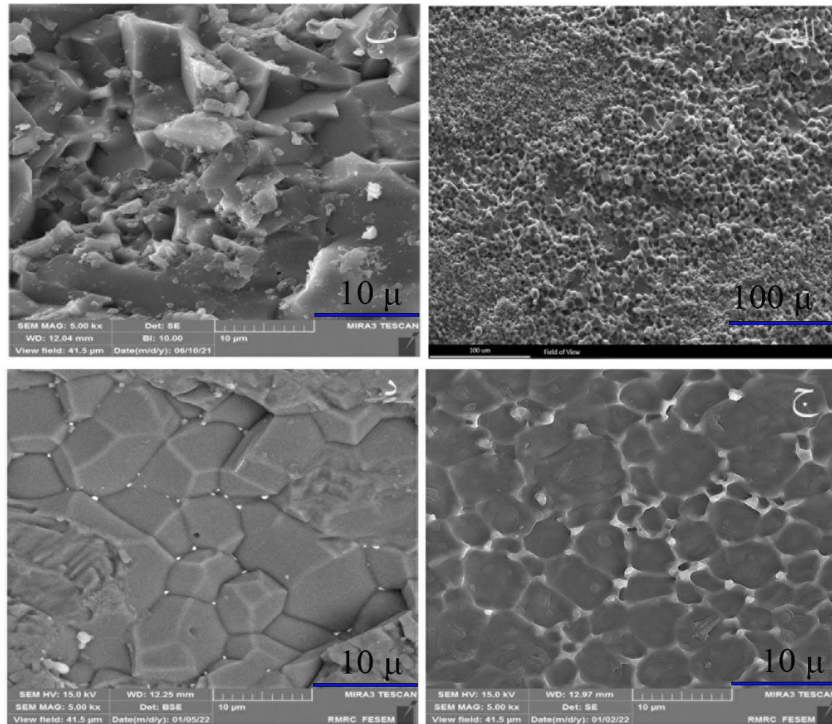
شکل ۶- عکس های میکروسکوپی نوری بعد از تفجوشی پلاسمای جرقه ای الف) آلومینا ب) گاما آلومینا، همراه با کمک تفجوش های اکسید منیزیم و اکسید لانتانوم.

در شکل (۶) عکس های میکروسکوپی نوری نمونه های دارای کمک تفجوش بعد از تفجوشی پلاسمای جرقه ای نشان داده شده است. نواحی مرزدانه ها در نمونه آلومینا به راحتی قابل تشخیص است. در نمونه گاما آلومینا نیز به راحتی این نواحی قابل تشخیص است. ریزساختار دانه های مشاهده شده به وسیله این میکروسکوپ به صورت ۶ ضلعی است. وجود خطوطی صاف در برخی از نواحی مربوط به خطوط پولیش است. در سرامیک ها با شبکه بلوری ناهمسانگرد نوری (مانند شبکه هگزاگونال آلومینا)، زمانی که نور از یک دانه به دانه دیگر منتقل می شود یک تفرق اضافی ناشی از مرزها ایجاد می شود. این دلیل آن است که چرا غالب سرامیک های شفاف عموماً

جدول ۱- چگالی ارشمیدس و چگالی نسبی نمونه های تفجوشی شده آلومینای آلفا و گاما

نام نمونه	بدون کمک تفجوش (g/cm <sup>3</sup> )	همراه با کمک تفجوش (g/cm <sup>3</sup> )	چگالی نسبی
آلفا آلومینا	۳/۷۸	۳/۹۴	۹۹/۷۴
گاما آلومینا	۳/۶۴	۳/۹	۹۸/۷

پراکندگی و افت عبور نور را داریم. سطح یک حفره یک مرز بین فازها با اختلاف شدید در مشخصات نوری است که بنابراین بازتابش ها و انکسار نور را شدت می بخشد. حضور تعداد زیادی حفره، سرامیک را مات می کند. حفرات می توانند میان دانه های یا درون دانه ای باشد. کاهش حفرات درون دانه ای حتی اگر آن ها در ابعاد زیر میکرون باشند فرایندی بسیار مشکل و طولانی مدت نسبت به کاهش حفرات میان دانه ای بسته است. حفرات میان دانه ای در مرزدانه ها قرار گرفته اند و به عنوان چاهک ها و یا جاهای خالی عمل می کنند که حذف آن ها را راحت تر می سازد (۱۱-۱۰). سایر محققین بر اهمیت توزیع یکنواخت تخلخل ها در قطعه خام تحقیقاتی انجام دادند و به این نتیجه دست یافتند که آگلومره های بزرگ بین ذرات و همچنین تخلخل های موجود در بین آن ها، بعد از اعمال فشار حذف نمی شوند و بلکه رشد کرده و منجر به کاهش عبور نور می شوند (۱۵-۱۳)؛ بنابراین میزان درصد عبور در این نمونه ها، بدون کمک تفجوش صفر است. از عوامل تأثیرگذار در عبور نور کم بودن حفرات و تخلخل ها و مراکز پراکندگی نور است؛ بنابراین با کاهش میزان این عیوب و افزایش چگالی درصد عبور نور افزایش خواهد یافت. شکل (۵- ب و ج) تصویر نمونه ها بعد از تفجوشی پلاسمای جرقه ای است. مطابق این تصاویر نمونه آلفا از لحاظ ظاهری نیز شفاف تر و آرم دانشگاه صنعتی مالک اشتر مشخص تر است که به دلیل چگالی بالک بیشتر این نمونه است.



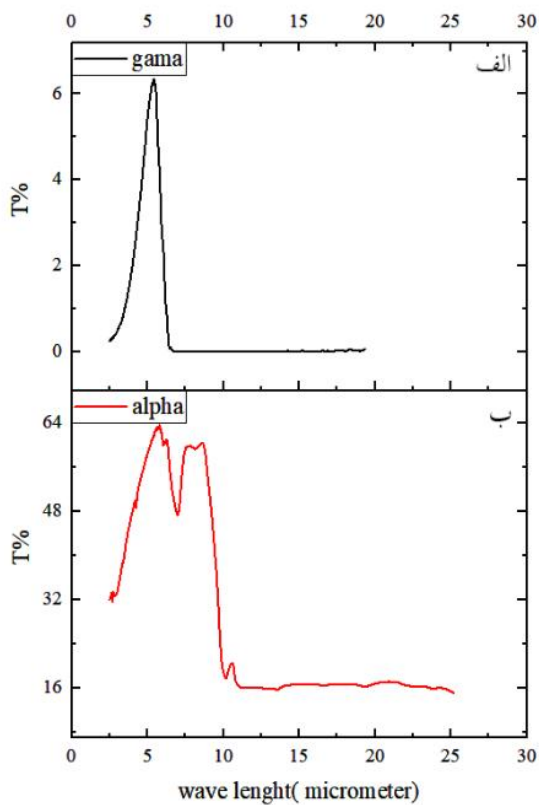
شکل ۷- عکس‌های میکروسکوپی الکترونی روبشی

الف) آلفا (ب) گاما، سطح مقطع شکست و بدون کمک تفجوش (ج) آلفا (د) گاما همراه با کمک تفجوش.

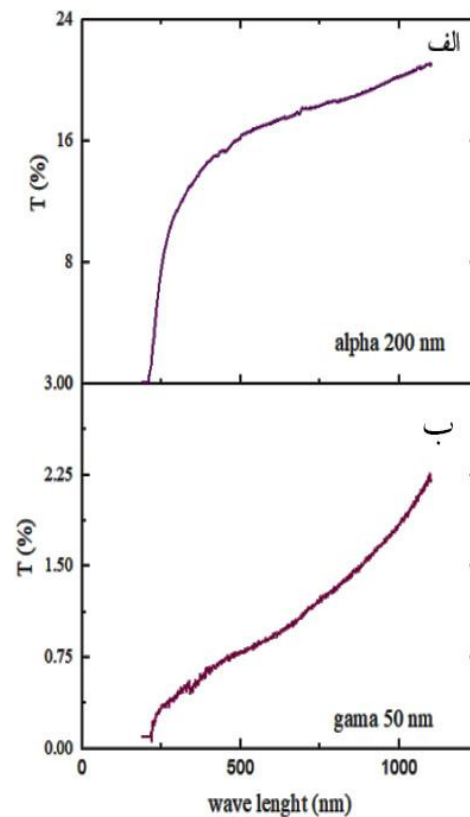
باشد. شکل (۷-د)، در نمونه گاما وجود تخلخل منجر به کاهش چگالی بالک و درصد عبور کمتر در این نمونه خواهد بود. باوجود اینکه لانتانیا در جلوگیری از رشد بیش از حد دانه آلومینا بسیار تأثیرگذار بوده است و با توجه به شعاع اتمی  $La^{3+}$  که  $0.103$  نانومتر و شعاع اتمی  $Al^{3+}$ ،  $0.053$  نانومتر، لانتانیا در مرزدانه آلومینا مانع از حرکت مرزدانه و رشد دانه می‌شود. با توجه به این که لانتانیوم با قرار گرفتن در مرزدانه آلومینا مانع از حرکت مرزدانه می‌شود بنابراین لانتانیوم در کل نمونه پخش نشده و به صورت غیر تعادلی فقط در نواحی مرزدانه وجود دارد. از این رو غلظت آن به صورت غیر تعادلی تعریف می‌شود. تخلخل‌هایی که بعد از تفجوشی وجود دارد و منجر به کاهش عبور نور مرئی شده است اگر قطر تخلخل‌ها هم‌اندازه با طول موج ورودی باشد (۱۳)، در آن طول موج بیش‌ترین پراکندگی و افت عبور نور را داریم (شکل ۸). سطح یک حفره یک مرز بین فازها با اختلاف شدید در مشخصات نوری است که بنابراین بازتابش‌ها و انکسار نور را شدت می‌بخشد. حضور

دارای ساختار شبکه مکعبی همسانگرد مانند منیزیا، ایتریا، ایتریوم آلومینیوم گارنت و منیزیوم آلومینات هستند. معمولاً در ساختارهای مکعبی رشد دانه بعد از فرآیند تفجوشی اگر تا محدوده ۵ تا ۱۰ میکرومتر هم برسد باز شفافیت خود را به دلیل انعکاس نور کم ناشی از ساختار همسانگرد نوری مکعبی حفظ می‌کند (۳-۱ و ۱۴-۱۲).

عکس‌های میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه‌های تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای شده همراه با کمک تفجوش و بدون کمک تفجوش در شکل (۷) نشان داده شده است. شکل (۷-الف و ب)، سطح مقطع نمونه‌ها بدون کمک تفجوش را نشان داده است. در سطح مقطع نمونه آلفا و گاما در نزدیکی مرزدانه‌ها، حفرات و تخلخل‌هایی وجود دارد که همین عوامل موجب عدم شفافیت نمونه‌ها شده است علاوه بر این (۷-ج)، نمونه آلفا آلومینا عاری از تخلخل و حفرات بوده و چگالی بالک این نمونه ۹۹ درصد چگالی آلفا آلومینا را شامل شده و این نمونه انتظار می‌رود از درصد عبور نور بالاتری برخوردار



شکل ۹- آزمون عبور فروسرخ الف) گاما آلومینا  
ب) آلفا آلومینا، بعد از تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای.



شکل ۸- آزمون عبور مرئی-فرابنفش الف) آلفا آلومینا  
ب) گاما آلومینا بعد از تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای.

نمونه ۲۰۰ نانومتر رسیده است. به‌طور کلی هر دو نمونه از لحاظ ظاهری دارای شفافیت هستند و این شفافیت علاوه بر دما و زمان تفجوشی جرقه‌ای پلاسمای کمک تفجوش‌های اکسید منیزیم و اکسید لانتانیم نیز مربوط بوده است. در شکل (۹- الف)، میزان عبور فروسرخ این نمونه در طول موج ۲/۵ میکرون (عبور در ناحیه ابتدایی فروسرخ) ۶ درصد است که عبور بسیار کمی است. عبور در ناحیه فروسرخ در طول موج کمتر از ۳ میکرون به تخیل‌ها وابسته است و عبور پایین این نمونه نشان‌دهنده وجود تخیل‌های بزرگ در این نمونه است. در نمونه آلفا آلومینا ۲۰۰ نانومتر رشد همگن دانه‌ها وجود دارد و تقریباً تمامی دانه‌ها (۵-۳ میکرون) است و میزان عبور فروسرخ در طول موج کمتر از ۳ میکرومتر به ۶۵ درصد رسیده است و این نشان‌دهنده کم بودن میزان تخیل‌ها بعد از فرایند

تعداد زیادی حفره، سرامیک را مات می‌کند. در نمونه گاما آلومینا بعد از فرایند تفجوشی رشد دانه‌ها بسیار زیاد و رشد غیر همگن دانه‌ها وجود دارد و ایجاد دانه‌هایی تا اندازه ۹-۶ میکرون کاملاً مشخص است. شکل (۸)، درصد عبور در نمونه-ها را نشان داده است. همان‌طور که انتظار می‌رفت نمونه آلفا از درصد عبور بالاتر نسبت به نمونه گاما برخوردار است. این نمونه به دلیل بالا بودن میزان چگالی بالک، شفافیت و درصد عبور بالاتر و مناطق پراکندگی نور نظیر تخیل‌ها به میزان کمتر در این نمونه است. در تحقیقات گذشته با افزودن مقدار ۲ درصد وزنی منیزیا، ۸۶ درصد عبور در ناحیه مرئی با استفاده از فرایند تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای دست‌یافته‌اند (۱۰)، از این جهت، در این پژوهش با توجه به کم بودن مقدار کمک تفجوش‌ها (۲٪ درصد وزنی) میزان شفافیت به ۲۵ درصد در



چگالی بالک بدون افزودن کمک تفجوش های  $\text{La}_2\text{O}_3$  و  $\text{MgO}$  در آلفا آلومینا ۲۰۰ نانومتر ۹۷ درصد چگالی تئوری را شامل می شود و بعد از افزودن کمک تفجوش ها به ۹۹ درصد رسیده است.

#### ۴- نتیجه گیری

اکسید منیزیم و اکسید لانتانیم در مقادیر بسیار کم (۱۰۰ ppm) تأثیر بسزایی بر درصد عبور و شفافیت سرامیک آلومینا دارد و فاز آلفا آلومینا نسبت به گاما آلومینا از شفافیت بالاتر (۲۰ درصد) و چگالی ارشمیدس (۹۹ درصد چگالی تئوری آلفا آلومینا) بعد از تفجوشی برخوردار است. اکسید منیزیم، باعث تشکیل فازهای ثانویه اسپینل شده که منجر به پراکندگی نور می شود. اکسید لانتانیم، از حرکت مرزانه آلومینا جلوگیری کرده و مانع رشد دانه آلومینا می شود و همین عامل منجر به بهبود شفافیت آلومینا شده است. بعد از فرایند تفجوشی نمونه آلفا آلومینا از تخلخل ها و حفرات به میزان بسیار کمی برخوردار بوده و این منجر به افزایش چگالی این نمونه و شفافیت آن شده است و میزان عبور فرورسرخ در نمونه آلفا آلومینا بیشتر از گاما (۶۵ درصد) حاصل شده است. رشد غیر همگن دانه ها بعد از تفجوشی در نمونه گاما آلومینا منجر به کاهش عبور فرورسرخ (۶ درصد) نسبت به نمونه آلفا آلومینا ۲۰۰ نانومتر شده است. همچنین تخلخل های موجود در این نمونه میزان عبور این نمونه را کاهش داده است. میزان عبور نور در نمونه آلفا آلومینا ۲۰۰ نانومتر (۲۰ درصد) با توجه به ضخامت نمونه ها (۳ میلی متر) و میزان کمک تفجوش های اکسید منیزیم و اکسید لانتانیم (۰/۱ درصد وزنی)، مقدار قابل قبولی است.

#### تشکر و سپاسگزاری

نویسندگان این مقاله از گرنت ستاد نانو فناوری جمهوری اسلامی ایران جذب شده توسط جناب آقای دکتر محمدرضا لقمان استرکی، تشکر می کنند.

تفجوشی در این نمونه است بنابراین این نمونه نسبت به گاما دارای عبور بیشتر و تخلخل های کمتر و اندازه دانه همگن تر و یا ریزساختار همگن تر و چگالی بالاتر است.

در نمونه آلفا آلومینا با اندازه ذرات (۲۰۰-۱۵۰ نانومتر) بعد از فرایند تفجوشی اندازه دانه ها به ۵-۳ میکرون افزایش یافته است و دانه هایی با اندازه کمتر از ۲/۵ میکرون نیز در بین دانه های ۵-۳ میکرونی قرار گرفته اند؛ اما در نمونه گاما با اندازه ذرات کمتر از ۵۰ نانومتر رشد دانه ها بعد از فرایند تفجوشی به ۶-۹ میکرومتر رسیده است. با توجه به فاز گاما در این نمونه و انجام استحاله تبدیل گاما به آلفا در دمای ۱۲۰۰-۱۱۰۰ درجه سانتی گراد رشد دانه در این نمونه بیشتر بوده و اندازه تخلخل های باقیمانده در این نمونه یک میکرون است که منجر به کاهش عبور نمونه شده است. در نمونه آلفا رشد دانه کمتر نسبت به گاما و ایجاد ریزساختار همگن منجر به افزایش عبور این نمونه شده است.

به طور کلی سازوکار عملکرد کمک تفجوش های اکسید منیزیم، تشکیل شبکه اسپینل<sup>۳</sup> آلومینات منیزیم (ناشی از واکنش آلومینا و کمک تفجوش منزیا) و افزایش چگالی و اکسید لانتانیم پایدارکننده شبکه اسپینل و جلوگیری از رشد دانه آلومینا در دماهای بالاتر از ۱۷۰۰ درجه سانتی گراد است. مطابق شکل (۹)، عبور در ناحیه فرورسرخ، هر دو نمونه مقایسه شده است و در نمونه آلفا آلومینا ۲۰۰ نانومتر عبور فرورسرخ به ۶۵ درصد و عبور در نمونه گاما تقریباً ۲۵ درصد است. میزان عبور فرورسرخ تا حد زیادی به نرخ گرمایش و زمان تفجوشی بستگی دارد و نرخ گرمایش آهسته و زمان تفجوشی بالاتر منجر به عبور فرورسرخ بالاتر خواهد شد. با بزرگ تر شدن دانه های آلومینا در طی تفجوشی حفرات و منافذ ایجاد شده که مناطق کارآمدی در پراکندگی نور فرورسرخ هستند و میزان عبور فرورسرخ را کاهش می دهند. در کلیه نمونه ها افزودن کمک تفجوش های منیزیا و لانتانیا منجر به کاهش اندازه دانه آلومینا شده و میزان عبور نور بهبود یافته است به عنوان نمونه میزان

## تضاد منافع

نویسندگان مقاله اذعان دارند هیچ نوع تضاد منافی با شخص،

شرکت یا سازمانی برای این پژوهش ندارند.

## واژه نامه

1. birefringence
2. sintering aid

3. Spinel

## مراجع

1. Parikh PB. Alumina Ceramics: Engineering Applications and Domestic Market Potential. Transactions of the Indian Ceramic Society 1995;54(5):179-184.
2. Ghazanfari S, Torki M, Shafeiey A, Milani M, Emadi R. The Influence of  $Y^{3+}$  and  $Mg^{2+}$  Dopants on the Transparency Behavior of Alumina Ceramics. Materials Chemistry and Physics 2020;247:122905.
3. Apetz R, Van Bruggen MP. Transparent Alumina: A Light-Scattering Model. Journal of the American Ceramic Society 2003;86:480-486.
4. Kim BN, Hiraga K, Morita K, Yoshida H, Miyazaki T, Kagawa Y. Microstructure and Optical Properties of Transparent Alumina. Acta Materials 2009;57:1319-1326.
5. Drdlikova K, Drdlik D, Hadraba H, Klement R, Maca K. Optical and Mechanical Properties of Mn-Doped Transparent Alumina and Their Comparison with Selected Rare Earth and Transient Metal Doped Alumina. Journal of the European Ceramic Society 2020;40:4894-4900.
6. Kim BN, Hiraga K, Grasso S, Morita K, Yoshida H, Zhang H, Sakka Y. High-Pressure Spark Plasma Sintering of MgO-Doped Transparent Alumina. Journal of the Ceramic Society of Japan 2012;120:116-118.
7. Roussel N, Lallemand L, Durand B, Guillemet S, Ching JY, Fantozzi G, Garnier V, Bonne font G. Effects of the Nature of the Doping Salt and of the Thermal Pre-Treatment and Sintering Temperature on Spark Plasma Sintering of Transparent Alumina. Ceramics International 2011;37:3565-3573.
8. Stuer M, Zhao Z, Aschauer U, Bowen P. Transparent Polycrystalline Alumina Using Spark Plasma Sintering: Effect of Mg, Y And La Doping. Journal of the European Ceramic Society 2010;30:1335-1343.
9. Yang Q, Zeng Z, Xu J, Zhang H, Ding J. Effect of  $La_2O_3$  on Microstructure and Transmittance of Transparent Alumina Ceramics. Journal of Rare Earths 2006;24:72-75.
10. Abbas Zadeh H, Rahmani A, Asghari Z. Preparation of Translucent Ceramic from  $Al_2O_3$  NanoPowder by Pressure Less Sintering Method. Journal of Ceramic Science and Engineering 2013;17-23.
11. Yamashita I, Nagayama H, Tsukuma K. Transmission Properties of Translucent Polycrystalline Alumina. Journal of the American Ceramic Society 2008;91:2611-2616.
12. Gao H, Alkaaby HHC, Hachim SK, Lafta HA, Zahra MMA, Abbas ZS, Kubaisy MMRA, Rheima AM, Al-Majdi K, Shams MA, Estarki MRL. Investigation of Mechanical Properties and Transparency of Spark Plasma Sintered  $Mg^{2+}$  and  $Y^{3+}$  Codoped  $\alpha-Al_2O_3$  Nanoparticles Synthesized via Coprecipitation. Journal of Materials Research and Technology 2023;1052-1061.
13. Oparina IB, Kolmakov AG. Methods for Obtaining Transparent Polycrystalline Ceramics from Aluminum Oxide. Refractories and Industrial Ceramics 2021;62:196-201.
14. Sokol M, Kalabukhov S, Dariel MP, Frage N. High-Pressure Spark Plasma Sintering (SPS) of Transparent Polycrystalline Magnesium Aluminate Spinel (PMAS). Journal of the European Ceramic Society 2014;34:4305-4310.
15. Klement R, Drdliková K, Drdlik D, Maca K. Photoluminescence of Rare-Earth/Transition Metal-Doped Transparent/Translucent Polycrystalline  $Al_2O_3$  Ceramics. Journal of the American Ceramic Society 2023;106:172-185.
16. Kiryakov AN, Zatselin AF, Dyachkova TV, Tyutyunnik AP. Residual Strain and Effects of Lattice Compression in Thermobaric-Synthesized Optical Nanoceramics  $MgAl_2O_4$ : Mn. Journal of the European Ceramic Society 2023;43:1671-1682.