

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

جامعة محمد بوضياف - المسيلة



تخصص: فيزياء المواد

رقم: ph/MAT/14/2021

كلية : العلوم

قسم : الفيزياء

مذكرة مقدمة لنيل شهادة الماستر اكايمي

من اعداد الطالبة: طيبي حياة

تحت عنوان

الخزفيات الشفافة : المواد، طرق وتقنيات التحضير،
خصائص و تطبيقات.

رئيسا

مشرفا

ممتحنا

جامعة المسيلة

جامعة المسيلة

جامعة المسيلة

د.دغفل بحري

د.بلهوشات حسين

د.حمریط سمير

السنة الجامعية : 2021/2020

تشكرات

في البداية الشكر والحمد لله جل في علاه فانه ينسب الفضل كله في اكماله والكمال يبقى لله وحده

وبعد الحمد لله

اتقدم بجزيل الشكر و التقدير الى الاستاذ : بلهوشات حسين على كل ما قدمه لي من

توجيهات ومعلومات قيمة ساهمت في اثراء موضوع دراستنا في جوانبها المختلفة. فلك مني
اصدق عبارات الشكر والامتنان.

كما أتقدم بجزيل الشكر الجزيل إلى كل من الأستاذ دغفل البحري لقبوله ترأس لجنة المناقشة كما
أتقدم أيضا بالشكر إلى الأستاذ حمريط سمير لقبوله مناقشة و تقييم هذه المذكرة.

فهم أهل لسد خللها سائلة الله الكريم أن يثيبهم عني خيرا.

كما لا يفوتني أن أتقدم بجزيل الشكر والعرفان إلى كل أستاذ بقسم الفيزياء كل باسمه على ما
قدموه لي في مشواري الدراسي.

وآخر دعوانا أن الحمد لله رب العالمين.

طبي حياة

إهداء

الحمد لله وكفى والصلاة على الحبيب المصطفى واهله ومن وفى اما بعد:
الحمد لله الذي وفقني لتتأمين هذه الخطوة في مسيرتي الدراسية بمذكرتي هذه
ثمرة الجهد والنجاح بفضلته تعالى مهداة الى والدي الكريمين حفظهما الله و
ادامهما نورا لدربي.

لكل العائلة الكريمة التي ساندتني ولا تزال من اخوة واخوات
الى رفيقات المشوار اللاتي قاسمنني لحظاته رعاهم الله ووقفهم

الى كل قسم الفيزياء وجميع دفعة 2021

جامعة محمد بوضياف - المسيلة

الى كل من كان لهم اثر على حياتي والى كل من احبهم قلبي

فهرس المحتويات

تشكرات

إهداء

1 المقدمة.

4 الفصل الأول عموميات حول الخزفيات الشفافة

5 ا. الخزفيات الزجاجية الشفافة.

6 1.1 الشروط المطلوبة للحصول على الشفافية في السيراميك الزجاجي.

8 2.1 أنواع السيراميك الزجاجي الشفاف

8 3.1 تطبيقات السيراميك الزجاجي الشفاف

9 4.1 حدود السيراميك الزجاجي الشفاف

9 5.1 تكنولوجيا السيراميك الشفاف

9 1.5.1 الحاجة والاهتمام باستبدال البلورات المفردة

10 2.5.1 شروط الشفافية في السيراميك متعدد البلورات

12 2.5.1 خصائص وتطبيقات السيراميك متعدد البلورات الشفاف

14 المراجع

18 الفصل الثاني طرق وتقنيات تحضير المواد الخزفية الشفافة

19 II. طرق وتقنيات تحضير خزف شفاف

19 1.1.1 تقنية SPS

19 1.1.1.1 بدايات استعمال تقنية SPS

20 2.1.1.1 مبدأ SPS

21 2.1.1.1 وصف الجهاز

22 3.1.1.1 ايجابيات وسلبيات تقنية SPS

23.....	4.1. أمثلة عن تطبيقات SPS
24.....	2. تقنية HP
24.....	1.2. مبدأ عمل تقنية HP
25.....	2.2. إيجابيات وسلبيات تقنية HP
26.....	3. تقنية HIP
26.....	1.3. مبدأ عمل تقنية HIP
26.....	2.3. إيجابيات وسلبيات تقنية HIP
27.....	4. تقنية التلييد بالأمواج الميكرونية (MW)
28.....	5. تقنية التلييد بالفراغ
28.....	6. مقارنة بين SPS و HIP
29.....	6. مقارنة بين HP و HIP
29.....	6. مقارنة بين SPS و HP
30.....	المراجع
32.....	الفصل الثالث مواد تحضير الخزفيات الشفافة وتطبيقاتها
33.....	III . مواد تحضير الخزفيات الشفافة
33.....	1. مركب الألومين Al_2O_3
33.....	1.1. مجالات استعمال الألومين Al_2O_3
34.....	1.1. تحضير الألومين Al_2O_3
36.....	2. مركب أكسيد المغنزيوم MgO
36.....	1.2. تحضير أكسيد المغنزيوم MgO
37.....	3. مركب السبينال Al_2O_3-MgO
38.....	1.2. تحضير السبينال الشفاف $MgAl_2O_4$

38.....	4.111 المركب YAG(Y_2O_3)
39.....	1.4 111 مجالات الإستعمال
40.....	2.4.111 تحضير أكسيد الإيتريوم (Y_2O_3) (YAG)
41.....	111.4 إستخدامات الخزف الشفاف
42.....	المراجع
46.....	الخاتمة
.....	الملخص

المقدمة

الخزف أو السيراميك، إسم مشتق من أصل الكلمة اليونانية القديمة كيراموس والتي تعني "الطين"، يعتبر الخزف أحد أقدم المواد التي عرفها الإنسان. و هو أول حرفة تعتمد على الحرارة كعملية لتحويل المادة قد ظهر منذ وقت طويل حتى قبل ظهور تقنيات التعدين أو صناعة الزجاج.

منذ العصور القديمة و إلى العصر الحديث نجد أن السيراميك يدخل في العديد من جوانب الحياة اليومية: كمواد البناء (الطوب والبلاط)، و الأسلحة (رؤوس الأسهم)، و الزراعة (الأدوات وخلايا النحل)، و أدوات المائدة (أطباق البورسلين) ، وكذلك الأشياء الفنية (المنحوتات والأواني الفخارية).

أظهرت الأبحاث أن الإنسان في العصور القديمة إستخدم المواد الصلصالية و كذلك الطين لتشكيل بعض لوازمه التي يحتاجها خلال مراحل حياته، لأن هذه المواد قابلة للتشكيل ويمكن الحصول عليها بسهولة كما تتميز بوفرتها. تتميز المواد الخزفية على عكس المواد المعدنية و المواد العضوية بخصائص فيزيائية وكيميائية جيدة مما أهلها لتستعمل في الكثير من الصناعات المختلفة.

ويشكل أكثر تحدياً، يتم تعريف الخزف الفني على أنه مواد غير معدنية و غير عضوية. حيث وجد الباحثون الآن تطبيقات في العديد من المجالات الصناعية، من النووية إلى الطب الحيوي، بما في ذلك الإلكترونيات والبصريات. هذا المجال الأخير من التطبيق هو محور عمل هذه المذكرة: نظراً لخصائصها الحرارية التي تفوق بكثير خصائص الزجاج، فقد أصبح السيراميك الشفاف مادة جد هامة، على وجه الخصوص، في مجالات الأسلحة أو الفضاء (مكبرات الليزر، الدروع الشفافة، الصواريخ، عدسات ونوافذ بصرية عالية الحرارة ونوافذ مقصورة فضاء).

فُسم هذا البحث الى ثلاثة فصول رئيسية إضافة إلى المقدمة التي هي عبارة عن تمهيد للبحث مع طرح الاشكال والطرق الممكنة لحلها والخاتمة التي هي ملخص لأهم المعلومات المتحصل عليها.

الفصل الأول عبارة عن عموميات حول الخزفيات الشفافة، أين حاولنا الإحاطة بأهم الخصائص للمواد الخزفية الشفافة و كيفية الحصول على شفافية المواد الخزفية.

أما الفصل الثاني فقد تم تخصيصه لطرق وتقنيات التحضير المواد الخزفية الشفافة حيث تطرقنا إلى أهم التقنيات لزيادة كثافة المواد ونذكر على سبيل المثال التلييد بالضغط العالي (HP)، التلييد تحت الفراغ (sous vide)، التلييد بإستعمال البلازما (SPS)، التلييد بإستعمال الضغط المتماثل في جميع الإتجاهات (HIP) وآخرها التلييد بإستعمال الأمواج الميكرونية وقد تطرقنا بشيء من التفصيل إلى آليات ومبدأ كل تقنية، وإيجابيات وسلبيات كل واحدة منها. كما قمنا بإجراء مقارنة بين كل التقنيات من حيث المبدأ ونتيجة كل منها.

خصص الفصل الثالث إلى مواد تحضير الخزف الشفاف ومن بين هذه المواد مركب الألومين Al_2O_3 ، مركب أكسيد المنغنيزيوم MgO، مركب السبينال $MgO-Al_2O_3$ وكذلك مركب (YAG) ، كما فصلنا فيه أيضا طرق وتقنيات تحضير هذه المركبات الشفافة وإستخداماتها في مختلف المجالات.

الفصل الأول

عموميات حول الخزفيات الشفافة

I. الخزفيات الزجاجية الشفافة

يتم تشكيل مواد الزجاج والسيراميك عن طريق التبلور المتحكم فيه للزجاج الأم. أولاً يتم صهر المادة الزجاجية وإخمادها ومعالجتها. بعد ذلك، تتم بلورتها جزئياً للحصول على مادة السيراميك أو الزجاج. يمكن إضافة بعض الأكاسيد مثل ZrO_2 و TiO_2 إلى التركيبة الزجاجية الأولية لتسهيل عملية التتوي. يمكن أيضاً إحداث فصل في الأطوار عن طريق إضافة مواد أخرى [1،2]. تؤثر هذه الظاهرة بشكل مباشر على آلية التتوي و التبلور.

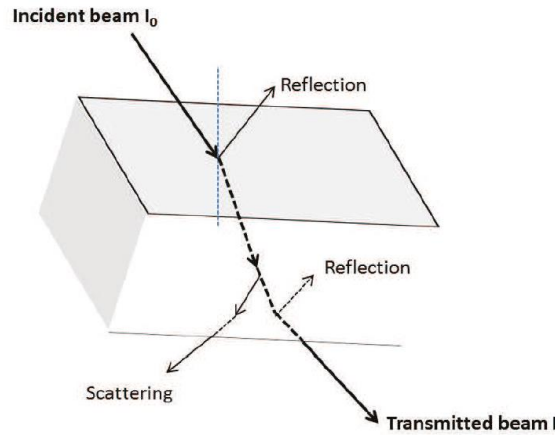
يصبح الحجم أكثر اعتماداً وبشكل مباشر على حجم فصل الطور. آلية فصل الطور، التي يتم التحكم فيها عن طريق التركيب الزجاجي وظروف التركيب، تعطي مواد خزفية زجاجية ذات بنى مجهرية مختلفة وبالتالي تطبيقات مختلفة. يتكون السيراميك الزجاجي من بلورات مشتتة في مصفوفة زجاجية، وتتراوح نسبة حجم الطور البلوري عادة من بضع إلى أكثر من 90%. يمكن أن يتكون الخزف الزجاجي من مرحلة زجاجية وبلورية واحدة أو أكثر. يمكن أن تحتوي البلورات المشكلة على نفس التركيب مثل الزجاج الأصلي الأولي (التبلور المتطابق)، أو تركيبة مختلفة. تم تطوير أول مادة خزفية زجاجية، بناءً على تركيبة الليثيوم والألومينو-سيليكات، عن طريق الصدفة في الخمسينيات من القرن الماضي بواسطة الدكتور Stookey [3]. لا يمكن الحصول على عدد معين من الخصائص المرغوبة في مادة الزجاج أو السيراميك بشكل مستقل، مثل المقاومة الحرارية المقترنة بالشفافية (السيراميك الزجاجي لأدوات الطهي) أو المتانة العالية مقترنة مع الشفافية. يمكن الحصول على التوافق الحيوي، والمتانة الكيميائية (السيراميك الزجاجي لترميم الأسنان) فقط في مواد السيراميك أو الزجاج.

ميزة أخرى مهمة هي مجموعة واسعة من الهياكل المجهرية الممكنة من الزجاج والسيراميك. يمكن أن تحتوي الأطوار الزجاجية على بنى مجهرية مختلفة، ويمكن أن تظهر الأطوار البلورية مجموعة متنوعة من الهياكل الدقيقة التي تؤثر على خصائص السيراميك الزجاجي الذي تم الحصول عليه. نتيجة لذلك، من خلال تغيير التركيب الزجاجي الأولي والتحكم في البنية الدقيقة للمراحل البلورية، يمكن تطوير مجموعة متنوعة من السيراميك الزجاجي بخصائص وتطبيقات متنوعة.

إلى جانب طريقة تحضير السيراميك الزجاجي من الزجاج السائل عبر عملية تنوي وتبلور خاضعة للرقابة، تم أيضًا التعريف بطرف وتقنيات التليد على نطاق واسع [4-6]. يتم استخدام تقنيات تليد المسحوق و الذي يسبب تغيرات كبيرة في الكثافة بين الطور البلوري وغير المتبلور. يُعتقد أن التبلور يبدأ عند واجهة الجسيمات الزجاجية التي تعمل كمواقع نواة، وبالتالي عدم الحاجة إلى عوامل التنوي. ومع ذلك، يحتوي السيراميك الزجاجي الذي تم الحصول عليه على مسام متبقية يصعب تجنبها حتى في ضغط ودرجات حرارة تليد عالية جدًا. يتم تحديد جودة السيراميك الزجاجي الناتج بدرجة عالية من خلال تكثيف مسحوق الزجاج [8, 9].

1.1 الشروط المطلوبة للحصول على الشفافية في السيراميك الزجاجي

أثناء عملية التبلور، يمكن الحفاظ على شفافية السيراميك الزجاجي الناتج كليًا أو جزئيًا أو حتى فقدانها تمامًا. توجد عوامل مختلفة تقلل من شدة الضوء و تشمل التشتت والامتصاص الذري والانعكاس (الشكل 1).



الشكل 1: رسم تخطيطي يوضح تفاعلات الضوء المختلفة مع المادة الشفافة.

يتم وصف شدة الإرسال بالمعادلة التالية:

$$I = I_0 (1 - R)^2 \exp[-(\beta + S)x] \text{ with } R = \left(\frac{n-1}{n+1}\right)^2 \quad (1)$$

حيث تمثل I_0 : شدة الضوء الساقط، I : كثافة الضوء المرسل، β : معامل الامتصاص الخطي، S : معامل

الانتثار، x : طول المسار البصري، R : الانعكاس، n : مؤشر إنكسار المادة.

بالنسبة للسيراميك الزجاجي، مع بنيته المجهرية المكونة من بلورات متناهية الصغر ميكرونية أو نانوية مشتتة في مصفوفة زجاجية، تنشأ الخصائص البصرية غير الخطية مما يؤدي إلى توهين شدة الضوء.

يوجد نموذجان لشرح التشتت المرن في السيراميك الزجاجي بناءً على حجم البلورات:

(1) نموذج رايلي 41 المطبق على السيراميك الزجاجي بحجم بلوري أصغر من الطول الموجي للضوء.

(2) تم تطبيق نموذج Mie على السيراميك الزجاجي بحجم بلوري أكبر من الطول الموجي للضوء.

ومع ذلك، في حالة الخزف الزجاجي الشفاف، فإن البلورات بحجم النانو شائعة، وبالتالي يُنظر في نموذج رايلي عادةً.

يتم إعطاء نموذج رايلي [10] بالمعادلة التالية:

$$I = \frac{(1+\cos^2\theta)}{L^2} \frac{8\pi^4}{\lambda^4} r^6 \left[\frac{M^2-1}{M^2+1} \right]^2 I_0 \quad (2)$$

حيث I : يمثل شدة الضوء المشتت، I_0 : شدة الضوء الساقط، θ : زاوية التشتت، r : نصف قطر الجسيم،

L : المسافة بين مركزي التشتت، و M : نسبة معامل الانكسار للبلورات إلى أن مصفوفة الزجاج المحيطة.

بناءً على هذه العلاقة، يمكن استنتاج أنه للحصول على حد أدنى من كثافة التشتت، يجب استيفاء شرط واحد على الأقل من الشرطين التاليين:

(1) $M \approx 1$ ، مما يدل على مطابقة معامل الانكسار بين الطور غير المتبلور والطور البلوري.

من المهم أيضاً أن يكون لديك مواد متماثلة المناحي (بدون إنكسار).

(2) $\frac{r^6}{\lambda^4} \gg 1$ ، مما يعني أن حجم البلورة أصغر بكثير من الطول الموجي للضوء.

لذلك، وفقاً لنموذج رايلي، لكي تكون المواد الخزفية الزجاجية شفافة في النطاق المرئي، يجب أن يكون حجم

البلورة في نطاق 15 نانومتر مع اختلاف مقبول قدره 0.1 في مؤشرات الانكسار للمصفوفة الزجاجية والطور

البلوري [11]. وفقاً لـ Beall و Pinckney و بناءً على نموذج Hoper يمكن قبول حجم بلوري يبلغ 30 نانومتر

وفرق في مؤشرات الانكسار قدره 0.3 للحصول على سيراميك زجاجي شفاف [12].

تم وضع نظريات نمذجة حديثة تعبر عن الشفافية من أجل ضبط الحد الأقصى لحجم البلورة المسموح به للحفاظ على الشفافية في السيراميك الزجاجي [13-15].

2.1 أنواع السيراميك الزجاجي الشفاف

إن السيراميك الزجاجي الشفاف الأكثر شيوعاً يعتمد في تصنيعه على السيليكات والألومينوسيليكات [16]. كما يعتمد أيضاً على الكالكوجينيدات [17, 18]، الفلوريدات، والأكاسيد [19]. من بين تطبيقات هذه المواد نذكر الشفافية في منطقة الأشعة تحت الحمراء. لكن هذه التركيبات اللاحقة تظهر قيوداً من حيث الخصائص الميكانيكية (في الكالكوجينيدات) والتكلفة والاستقرار الكيميائي (في الفلوريدات).

3.1 تطبيقات السيراميك الزجاجي الشفاف

بالإضافة إلى الهياكل الدقيقة المختلفة للسيراميك الزجاجي التي يتم الحصول عليها عن طريق التبلور المتحكم فيه؛ ينتج عنها أيضاً مجموعة واسعة من المواد السيراميكية الزجاجية تمتلك العديد من التطبيقات الرئيسية [20]، [21] ، نذكر منها:

1. التطبيقات الاستهلاكية الموجودة في الحياة اليومية، تشمل بشكل أساسي السيراميك الزجاجي المستخدم لتطبيقات المطبخ مثل أطباق الطهي، والتي يمكنها تحمل درجات الحرارة العالية والصدمات الحرارية و تملك معامل للتمدد الحراري منخفض.
2. التطبيقات البصرية، المستخدمة في مرايا التلسكوبات نظراً لانتقال الضوء العالي (80-90%)، والمتانة الكيميائية الجيدة والتوصيل الحراري وانخفاض معامل التمدد الحراري.
3. التطبيقات الطبية، مثل السيراميك الزجاجي المستخدم لترميم الأسنان بسبب خصائصه الميكانيكية والبيولوجية والجمالية.

4. تطبيقات أخرى بما في ذلك الطاقة حيث توجد قائمة واسعة لجميع التطبيقات المثيرة للاهتمام لمختلف أنواع السيراميك الزجاجي الشفاف [1, 13, 15, 20-25].

4.I حدود السيراميك الزجاجي الشفاف

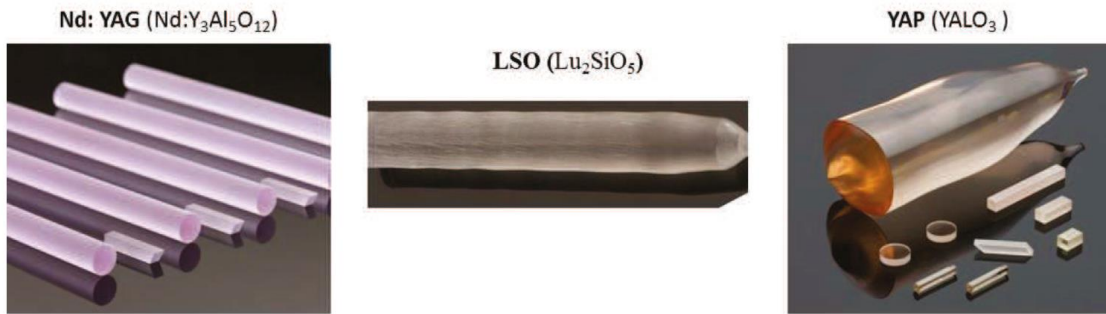
على الرغم من التقدم الهائل في مجال السيراميك الزجاجي الشفاف فإن التبلور الكامل لهذا السيراميك الزجاجي يمثل تحديًا كبيرًا. لا يمكن تحقيق الشفافية في السيراميك الزجاجي إلا من خلال التبلور الجزئي الدقيق لرواسب البنية المجهرية بمقياس النانومتر (أحجام بلورية أصغر بكثير من الطول الموجي الساقط كما هو موصوف في نظرية تشتت الجسيمات [30]، و/أو إختلاف صغير في معامل الانكسار بين البلورات والمصفوفة الزجاجية [31]).

5.I تكنولوجيا السيراميك الشفاف

مع تزايد الطلب على المواد للتطبيقات الضوئية، مثل أشعة الليزر عالية الطاقة، والعدسات البصرية، والدروع الشفافة، والرغبة في استبدال البلورات المفردة، ظهرت تقنية السيراميك متعدد البلورات الشفافة.

1.5.I الحاجة والاهتمام باستبدال البلورات المفردة

تُظهر البلورات المفردة، ببنيتها البلورية المستمرة، وغياب حدود الحبوب وعيوبها، خصائص فريدة للتطبيقات في المجالات عالية التقنية وخاصة البصريات والإلكترونيات [32, 33] (الشكل 2).

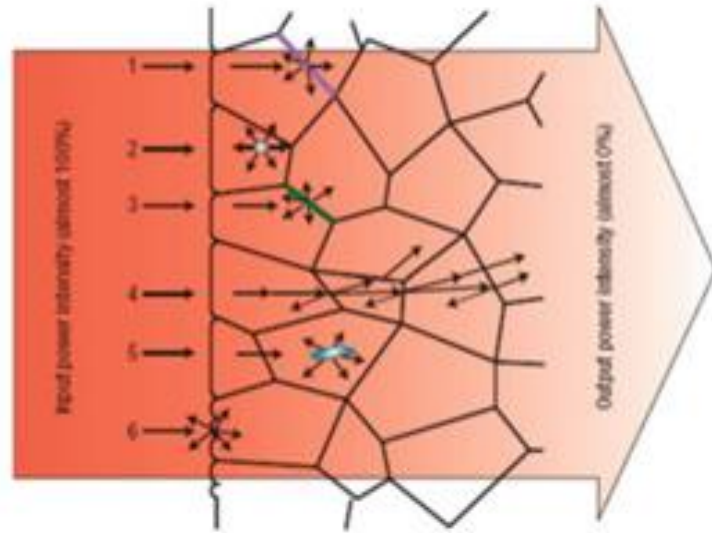


الشكل 2: أمثلة على البلورات المفردة المستخدمة تجارياً [32, 33].

يمكن تطوير البلورات المفردة اللازمة للتطبيقات عالية التقنية في المختبرات و يمثل هذا تحديًا اقتصاديًا، بالإضافة إلى القيود الأخرى بما في ذلك مستوى الإضافات المقيد ومرونة التشكيل المنخفضة والأهم من ذلك النطاق الضيق للتركيبات التي يمكن تطويرها على شكل بلورات مفردة [34] و التي يمكن استخدامها، على مستوى عالي، و هي سهلة التشكيل وطريقة تصنيعها منخفضة بالمقارنة مع البلورات الأحادية.

2.5.I شروط الشفافية في السيراميك متعدد البلورات

المادة الشفافة المثالية هي تلك التي ينتشر فيها الضوء دون تغيير في الاتجاه. ومع ذلك، فإن معظم المواد الشفافة تظهر مراكز تشتت كثيرة تتسبب في انحراف اتجاه انتشار الضوء عبر المادة، مما يتسبب في خسارة كبيرة في الحد الأقصى النظري لعبور الضوء. بالنسبة للسيراميك متعدد البلورات الشفاف، يتم تقديم مراكز الانتثار هذه من خلال حدود الحبيبات والفراغات المتبقية والطور الثانوي والانكسار المزدوج والشوائب، وخشونة السطح. يتم توضيح مراكز التشتت في الشكل 3 الذي قدمه Ikesue وآخرون [34].



الشكل 3: رسم تخطيطي لمراكز التشتت المختلفة في البنية المجهرية التقليدية للسيراميك الشفاف. (1) تشتت قوي بسبب حدود الحبيبات، (2) الفراغات المتبقية، (3) الطور الثانوي، (4) الانكسار المزدوج، (5) الشوائب و (6) خشونة السطح في السيراميك [34].

- يمكن اعتبار الحدود الحبيبية على أنها واجهات بين مجالين لهما خصائص مختلفة، مما يتسبب في تشتت الضوء. تقلل الحدود الحبيبية الشفافة الرقيقة إلى حد كبير من تشتت الضوء.

- الفراغات المتبقية سواء كانت داخل الحبيبات أو في الحدود الحبيبية تمثل خصائص بصرية تختلف إلى حد كبير عن البلورات، مما يتسبب في انعكاس الضوء بشكل مكثف أو انكساره مما ينتج عنه سيراميك معتم.

- تمثل الأطوار الثانوية المقدمة عند حدود الحبيبات سبباً شائعاً للعتمة، والتي قد تنتج عن شوائب المواد الأولية، أو التلوث أثناء عملية التركيب، أو الإضافات الزائدة.

- الانكسار المزدوج، الذي يُعرّف أيضاً بانكسار الانكسار، موجود في المواد متباينة الخواص، حيث يتم ملاحظة تشتت ضوء إضافي عند الانتقال من حبيبة إلى أخرى.

- تعتبر خشونة السطح عاملاً خارجياً حيث يتشتت الضوء بدرجة أقل بكثير من السيراميك ذي السطح الأملس. بالنسبة للسيراميك الشفاف متعدد البلورات المكعب (متماثل بصرياً)، يتم تقديم مصادر التشتت من خلال حدود الحبيبية والأطوار الثانوية والفراغات المتبقية بشكل أساسي. يمثل القضاء على الفراغات المتبقية (خاصة الداخلية) تحدياً كبيراً وكان موضوعاً للعديد من الدراسات [35-37] حيث يبدو أن الفراغات المتبقية الصغيرة جداً تؤثر على شفافية السيراميك التي تم الحصول عليها.

فيما يتعلق بالسيراميك الشفاف متعدد البلورات غير المكعب (متباين الخواص بصرياً)، يحدث التشتت بسبب الانقسام المزدوج للضوء عند الحدود الحبيبية والانتثار المنتشر عند الفراغات المتبقية والأطوار الثانوية. يصبح معامل الانكسار للمادة معتمداً بشكل كبير على اتجاهات البلورات المختلفة، حيث يتم الحصول على تغيير كبير في اتجاه الحزمة عند كل الحدود الحبيبية بين بلورتين. بالنسبة للمواد متباينة الخواص (غير المكعبة) بصرياً، فإن الانكسار يزيد من الشفافية أكثر و يعتمد على حجم البلورة لتقليل التشتت الانكساري. الحجم البلوري الصغير [38] (أصغر بكثير من الطول الموجي للضوء الساقط كما هو موصوف في نظرية تشتت الجسيمات-Rayleigh

(Ganz) [39] ، وهو شرط أساسي لضمان الشفافية في معظم الحالات.

لتطوير سيراميك شفاف متعدد البلورات، تكمن الإستراتيجية التقليدية في القضاء على جميع مصادر تشتت الضوء بما في ذلك الفراغات المتبقية، والأطوار الثانوية عند الحدود الحبيبية، والانكسار (للمواد غير المكعبة)، وحجم الحبيبات الكبير. وفي الوقت نفسه، بالنسبة للمواد متباينة الخواص بصرياً ذات قيم الانكسار الصغيرة، يتم الحصول على تشتت أقل للحجم البلوري الكبير (مساحة أقل للواجهة).

2.5.I خصائص وتطبيقات السيراميك الشفاف متعدد البلورات

يوفر السيراميك الشفاف متعدد البلورات مزايا مختلفة نظراً لفعاليتها من حيث التكلفة ومرونة التشكيل والإنتاج الضخم. هذه الميزات العامة، عندما تقترن بخصائص ميكانيكية أو بصرية أو حرارية أو فوتونية أو كهربائية محددة، تقدم مجالات مختلفة لتطبيق السيراميك الشفاف متعدد البلورات:

- 1) - يعتبر السيراميك متعدد الكريستالات الشفاف ذو التجانس العالي، وتركيز الإضافات العالي، والهيكل المركب متعدد الوظائف، والمقطع العرضي للانبعاثات والامتصاص الكبير ضرورياً لتطبيقات الليزر [40].
- 2) السيراميك الشفاف متعدد البلورات بكثافة عالية ومؤشرات انكسار عالية جداً تصل إلى 2 أو خصائص تشتت خاصة تجعلها تستضيف المواد المثالية لتطبيقات العدسات البصرية مثل الخزف الشفاف Lu_3NbO_7 و ZrO_2 [44, 45].
- 3) السيراميك الشفاف متعدد البلورات ذو خصائص ميكانيكية وحرارية فائقة يقدم مرشحين رائعين لتطبيقات الدروع مثل مكعب شفاف متعدد البلورات MgAl_2O_4 سيراميك [22, 46] أو الياقوت الصناعي غير المكعب α - Al_2O_3 والياقوت [47, 48]. التناظر المكعب، يكون أكثر حساسية لعيوب المواد ويتطلب تحكماً دقيقاً في الحجم البلوري للمقياس النانوي (حجم بلوري أصغر من الطول الموجي للضوء) وكثافة عالية من أجل الحفاظ على شفافية الزجاج الأصلي [49-51].

- 4) - يتم استخدام السيراميك الشفاف متعدد البلورات ذو الكثافة العالية والقدرة على اكتشاف الإشعاعات عالية التأين بشكل كبير للتطبيقات المتألئة مثل الخزف متعدد البلورات الشفاف Lu_2O_3 و $102-104\text{Y}_2\text{O}_3$.

بالإضافة إلى هذه التطبيقات، تم التنبيه إلى قائمة واسعة من السيراميك الشفاف متعدد البلورات مع خصائص وتطبيقات مختلفة [34, 38, 52].

المراجع

1. Dejneka, M., The luminescence and structure of novel transparent oxyfluoride glass-ceramics. 1998. **239**(1-3): p. 149-155.
2. HÖLAND, M., et al., Microstructure formation and surface properties of a rhenanite-type glass-ceramic containing 6.0 wt% P₂O₅. 2005. **78**(4): p. 153-158.
3. Stookey, S., Catalyzed crystallization of glass in theory and practice. 1959. **51**(7): p. 805-808.
4. Banijamali, S., et al., Sinterability, crystallization and properties of glass-ceramic tiles belonging to CaF₂-CaO-MgO-Al₂O₃-SiO₂ system. 2007. **33**(8): p. 1557-1561.
5. Prado, M.O., M.L.F. Nascimento, and E.D. Zanotto, On the sinterability of crystallizing glass powders. 2008. **354**(40-41): p. 4589-4597.
6. Smiljanić, S.V., et al., Crystallization and sinterability of glass-ceramics in the system La₂O₃-SrO-B₂O₃. 2014. **40**(1): p. 297-305.
7. Schneider, J., et al., ²⁹Si MAS-NMR studies of Q_n structural units in metasilicate glasses and their nucleating ability. 2000. **273**(1-3): p. 8-18.
8. Deubener, J., Structural aspects of volume nucleation in silicate glasses. 2005. **351**(18): p. 1500-1511.
9. Fokin, V.M., E.D. Zanotto, and J.W. Schmelzer, Homogeneous nucleation versus glass transition temperature of silicate glasses. 2003. **321**(1-2): p. 52-65.
10. Beall, G. and D. Duke, Transparent glass-ceramics. 1969. **4**(4): p. 340-352.
11. Gonçalves, M.C., L.F. Santos, and R.M. Almeida, Rare-earth-doped transparent glass ceramics. 2002. **5**(12): p. 845-854.
12. Beall, G.H. and L.R. Pinckney, Nanophase glass-ceramics. 1999. **82**(1): p. 5-16.
13. Tick, P., et al., Transparent glass ceramics for 1300 nm amplifier applications. 1995. **78**(11): p. 6367-6374.

14. Mattarelli, M., et al., Transparency and long-ranged fluctuations: The case of glass ceramics. 2010. **82**(9): p. 094204.
15. Sakamoto, A. and S. Yamamoto, Glass-ceramics: engineering principles and applications. 2010. **1**(3): p. 237-247.
16. Suzuki, T., G.S. Murugan, and Y. Ohishi, Optical properties of transparent $\text{Li}_2\text{O}-\text{Ga}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ glass-ceramics embedding Ni-doped nanocrystals. 2005. **86**(13): p. 131903.
17. Mecholsky, J.J., Microstructural investigations of a chalcogenide glass ceramic. 1973, Catholic University of America Washington, DC.
18. Zhang, X., et al., Infrared transmitting glasses and glass-ceramics. 2006. **352**(23-25): p. 2411-2415.
19. Wang, Y. and J. Ohwaki, New transparent vitroceramics codoped with Er^{3+} and Yb^{3+} for efficient frequency upconversion. 1993. **63**(24): p. 3268-3270.
20. Holand, W. and G.H. Beall, Glass-ceramic technology. 2019: John Wiley & Sons.
21. Zanutto, E.D., Bright future for glass-ceramics. 2010. **89**(8): p. 19-27.
22. Neuville, D.R., L. Cormier, and D. Caurant, Du verre au cristal: Nucléation, croissance et démixtion, de la recherche aux applications. 2013: EDP sciences.
23. Chenu, S., et al., Tuneable nanostructuring of highly transparent zinc gallogermanate glasses and glass-ceramics. 2014. **2**(4): p. 364-372.
24. Hirose, K., et al., Glass-ceramics with LiFePO_4 crystals and crystal line patterning in glass by YAG laser irradiation. 2007. **178**(11-12): p. 801-807.
25. Tanabe, S., et al., Fluorescence properties of Er^{3+} ions in glass ceramics containing LaF_3 nanocrystals. 2002. **19**(3): p. 343-349.
26. Berthier, T., V.M. Fokin, and E.D. Zanutto, New large grain, highly crystalline, transparent glass-ceramics. 2008. **354**(15-16): p. 1721-1730.

27. Hubert, M., et al., An innovative approach to develop highly performant chalcogenide glasses and glass-ceramics transparent in the infrared range. 2011. **19**(23): p. 23513-23522.
28. Takahashi, Y., et al., Parasitic amorphous on single-domain crystal: Structural observations of silicate glass-ceramics. 2013. **3**(1): p. 1-5.
29. Mortier, M., et al., New progresses in transparent rare-earth doped glass-ceramics. 2001. **16**(1-2): p. 255-267.
30. Chýlekt, P., Light scattering by small particles in an absorbing medium. 1977. **67**(4): p. 561-563.
31. Hendy, S., Light scattering in transparent glass ceramics. 2002. **81**(7): p. 1171-1173.
32. Patil, P., et al., Study on nonlinear optical properties of 2, 4, 5-trimethoxy-4'-bromochalcone single crystal. 2014. **55**: p. 37-41.
33. Fujimoto, Y., et al., Comparative study of optical and scintillation properties of Tm³⁺: YAG, and Tm³⁺: LuAG single crystals. 2013. **35**(11): p. 2023-2026.
34. Ikesue, A. and Y.L. Aung, Ceramic laser materials. 2008. **2**(12): p. 721-727.
35. Boulesteix, R., et al., Microstructural evolution during vacuum sintering of yttrium aluminum garnet transparent ceramics: toward the origin of residual porosity affecting the transparency. 2013. **96**(6): p. 1724-1731.
36. Boulesteix, R., et al., Quantitative characterization of pores in transparent ceramics by coupling electron microscopy and confocal laser scanning microscopy. 2010. **64**(16): p. 1854-1857.
37. Boulesteix, R., et al., Light scattering by pores in transparent Nd: YAG ceramics for lasers: correlations between microstructure and optical properties. 2010. **18**(14): p. 14992-15002.
38. Krell, A., T. Hutzler, and J. Klimke, Transmission physics and consequences for materials selection, manufacturing, and applications. 2009. **29**(2): p. 207-221.

39. Apetz, R. and M.P. Van Bruggen, Transparent alumina: a light- scattering model. 2003. **86**(3): p. 480-486.
40. Richardson, M. and R. Gaume, Transparent ceramics for lasers—A game-changer. 2012. **91**(4): p. 30.
41. Lu, J., et al., Optical properties and highly efficient laser oscillation of Nd: YAG ceramics. 2000. **71**(4): p. 469-473.
42. Ikesue, A., et al., Fabrication and optical properties of high- performance polycrystalline Nd: YAG ceramics for solid- state lasers. 1995. **78**(4): p. 1033-1040.
43. Greskovich, C. and J. Chernoch, Polycrystalline ceramic lasers. 1973. **44**(10): p. 4599-4606.
44. An, L., A. Ito, and T. Goto, Fabrication of transparent Lu₃NbO₇ by spark plasma sintering. 2011. **65**(19-20): p. 3167-3169.
45. Peuchert, U., et al., Transparent cubic-ZrO₂ ceramics for application as optical lenses. 2009. **29**(2): p. 283-291.
46. Ganesh, I., A review on magnesium aluminate (MgAl₂O₄) spinel: synthesis, processing and applications. 2013. **58**(2): p. 63-112.
47. Krell, A., et al., Transparent sintered corundum with high hardness and strength. 2003. **86**(1): p. 12-18.
48. Petit, J., et al., Sintering of α -alumina for highly transparent ceramic applications. 2011. **31**(11): p. 1957-1963.
49. Krell, A., et al., Processing of high- density submicrometer Al₂O₃ for new applications. 2003. **86**(4): p. 546-53.
50. Grasso, S., et al., Highly transparent α -alumina obtained by low cost high pressure SPS. 2013. **39**(3): p. 3243-3248.
51. Jiang, D., et al., Optically transparent polycrystalline Al₂O₃ produced by spark plasma sintering. 2008. **91**(1): p. 151-154.
52. Wang, S., et al., Transparent ceramics: Processing, materials and applications. 2013. **41**(1-2): p. 20-54.

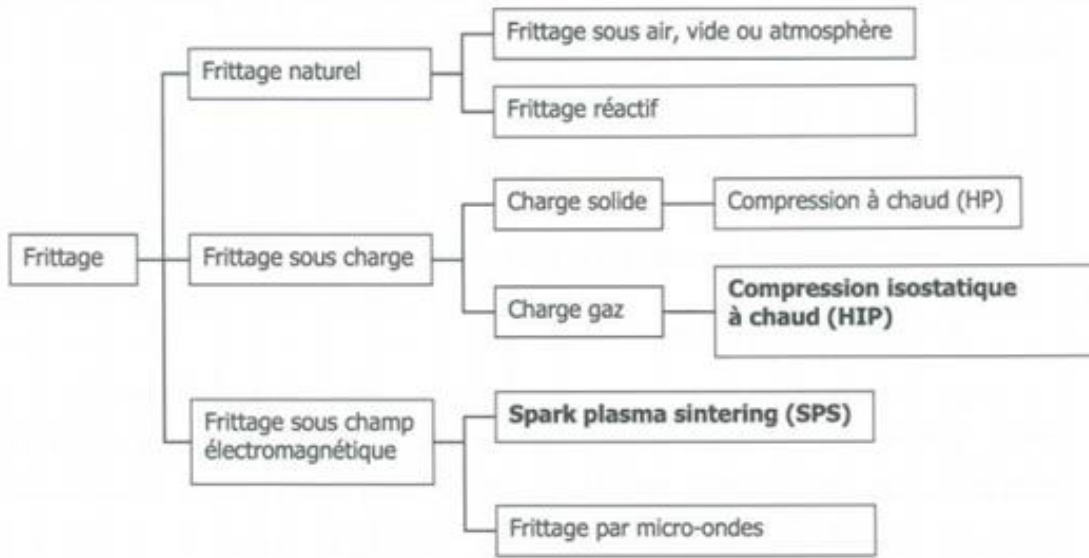
الفصل الثاني

طرق وتقنيات تحضير المواد الخزفية الشفافة

II. طرق وتقنيات تحضير خزف شفاف

التليبيد هو عملية تحويل المسحوق إلى مادة صلبة عالية الكثافة تحت ضغط ودرجة حرارة عالية. يتم اعتماد هذه التقنية بشكل متكرر بسبب درجة انصهار المواد الخام العالية. تم استخدامه على نطاق واسع من قبل لتطوير خزفيات شفافة متعددة البلورات بأقل قدر ممكن من الفراغات المتبقية.

هناك عدة طرق لتحضير خزف شفاف ومن بين هذه الطرق نذكر منها :



الشكل 1.II: تصنيف تقنيات التليبيد المسحوق [1].

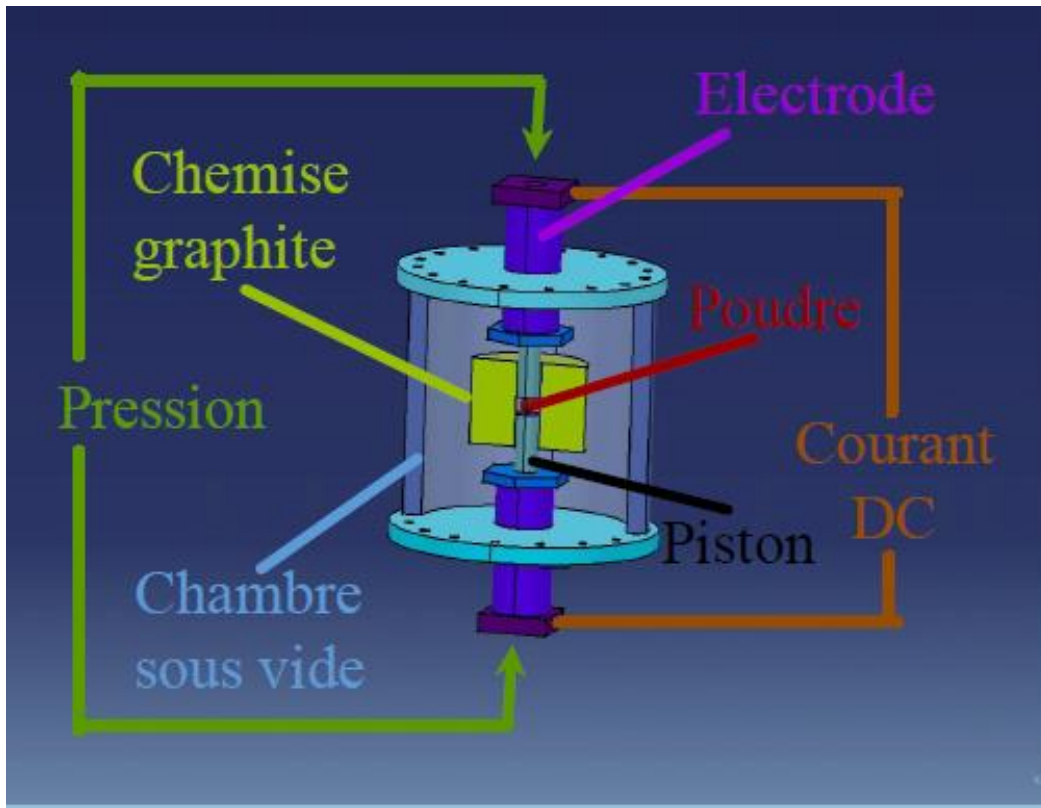
1.II. تقنية SPS

1.1.II. بدايات استعمال تقنية SPS

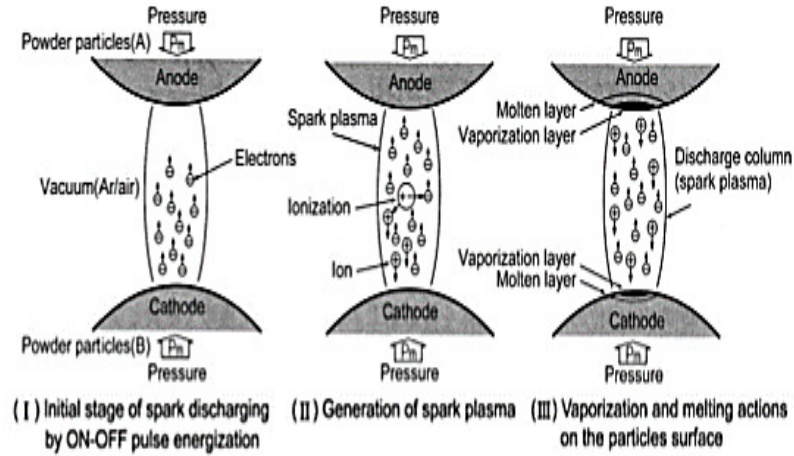
التليبيد بالبلازما (SPS) هي تقنية جديدة مطورة نسبياً تستخدم في تحضير السيراميك متعدد البلورات الشفاف والكثيف [1-4]. تجمع هذه التقنية في وقت واحد بين الضغط والتيار الكهربائي المطبق مباشرة على العينة. تكمن الميزة الكبيرة لتقنية SPS عند مقارنتها بتقنيات التليبيد الأخرى في تسخين العينة من الداخل، مما يسمح بالحصول على سيراميك كثيف في وقت معالجة قصير مع دمج مسحوق كامل.

2.1. II مبدأ SPS

المبدأ الأول للتقنية هو استعمال الضغط للمساعدة من أجل تلييد المواد. المبدأ الثاني هو الطريقة المستخدمة لرفع درجة الحرارة وهذا يتم بتأثيره بتيار عالي لتكثيف المسحوق وأيضا من خصائص الكهربائية للعينات تسمح هذه الطريقة أولا من رفع درجة الحرارة و ثانيا الحد الأدنى من المجهود الحراري بعد استكمال تكثيف المواد لبضع دقائق [5].



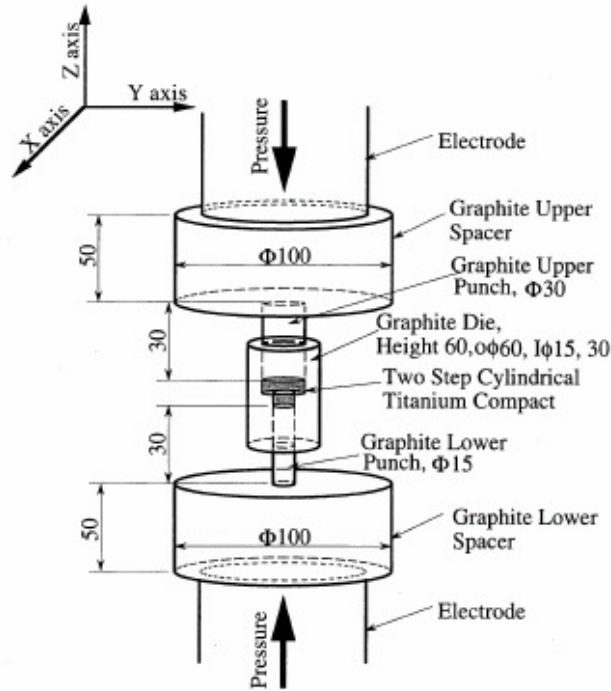
الشكل 2.II: رسم تخطيطي لجهاز SPS [5].



الشكل II. 3: آليات تقنية التلييد SPS [6].

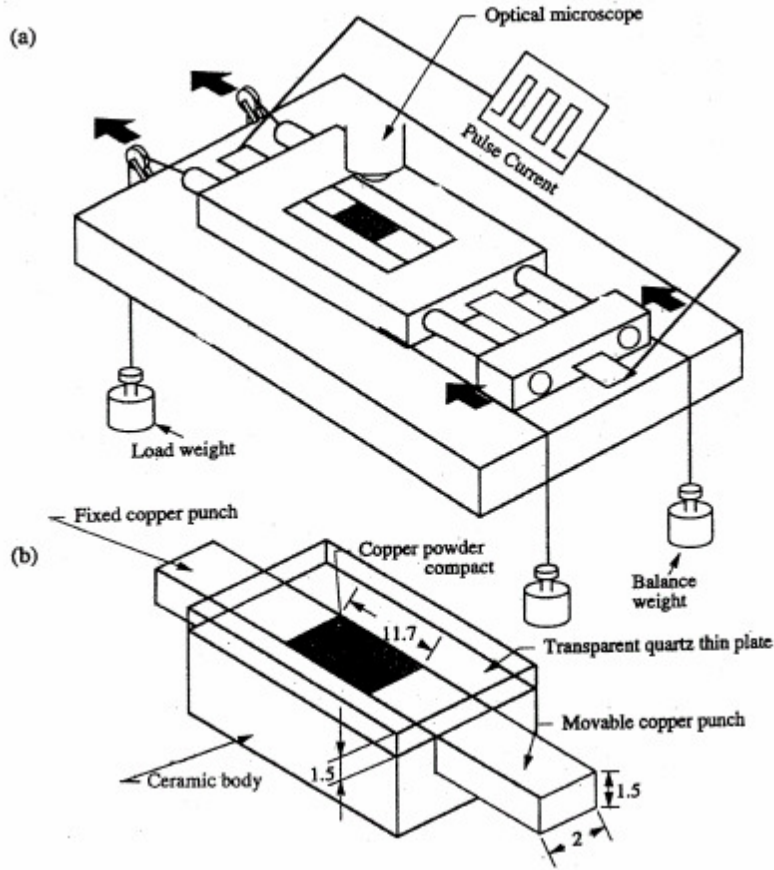
II. 2.1 وصف الجهاز

قام ماتسوجي وآخرون [7] بوصف طريقة تنفيذ تقنية SPS مع استخدام المكابس بتطبيق ضغط مزدوج الفعل متماثل على كلا الجانبين من العينة، كما يتم ضمان التدفق الحالي من خلال قطبين.



الشكل II. 4: وصف جهاز SPS [7].

من أجل جعل إمكانية ملاحظة الظواهر التي تحدث أثناء التفريغ في الموقع الكهربائي، أنتج Yanagisawa جهازًا أصليًا [7] ، يتم وصف الخصائص الكهربائية للتفريغ المفروض على العينة



المبين في الشكل التالي:

الشكل 5.II: معدات لمراقبة سلوك المساحيق [7].

3.1.II ايجابيات وسلبيات تقنية SPS:

(أ) الإيجابيات [5]:

- الميزة الرئيسية لهذه العملية هي سرعة تنفيذ المعالجة الحرارية بمجرد تغيير إعدادات التلييد.
- التقليل من زمن المعالجة أي تنتقل من بضع ساعات إلى بضع عشرات الدقائق في المتوسط وبالتالي فمن الممكن دراسة تأثير زمن المعالجة على عملية تلييد المادة.

(ب) السلبيات [5]:

كما هو الحال مع جميع عمليات التلييد تحت الضغط:

- فإن القيود الرئيسية هي حجم العينة الذي يضل صغيرا أي حوالي 300 مم.
- تكلفة التركيب والقيود على الأشكال البسيطة فقط.
- تتعلق مشكلة التقنية SPS بمعرفة درجة الحرارة المتدرجة داخل المادة أثناء دورة التلييد.

4.1.1. أمثلة عن تطبيقات SPS

في العقود الثلاثة الماضية، تمتعت SPS بنجاح متزايد كطريقة لتكثيف المواد الوظيفية والهيكلية. هناك أمثلة لا حصر لها من التطبيقات بما في ذلك أي فئة من المواد تقريبًا تشتمل معظم هذه التطبيقات على مواد يمكن الحصول عليها أيضًا باستخدام تقنيات تلييد أكثر تقليدية، ولكن ذلك مكن من الاستفادة من تقليل أوقات التلييد ودرجات حرارة التلييد ونمو الحبيبات الذي توفره SPS. يسمح استخدام SPS، في هذه الحالة، بتقليل الحد الأقصى لدرجة الحرارة المطلوبة ووقت التكلس وبالتالي تقليل التلوث الناتج عن الأكسجين والجرافيت وتقليل حجم الحبيبات. تم الحصول على نتائج مماثلة في حالة الأطوار المعدنية ذات درجات الحرارة العالية. يعد SPS فعالا بشكل عام في تعزيز حركية تفاعلات الحالة الصلبة، حيث يساعد الضغط أحادي المحور المطبق على الحفاظ على الاتصال المثالي بين مراحل التفاعل. تم الحصول على حجم حبيبة أصغر باستخدام هذا النهج، مع فائدة التأثيرات على الخواص الميكانيكية. من ناحية أخرى، زاد الاهتمام بشكل كبير في عقدين الآخرين بالتلييد باستخدام HP أو HIP. ومع ذلك، أنتج هذا النهج نموًا كبيرًا للحبيبات وتلوثًا، مما يقلل من إمكانية الحصول على التكثيف الكامل. استخدام هاته التقنية سمحت بتقليل وقت المعالجة بشكل كبير، مع تأثير مفيد عام على خصائص المواد.

سمحت تقنية SPS بتخفيض تكاليف التحضير. المجال الآخر الذي جذبت فيه SPS اهتمامًا كبيرًا يتمثل في السيراميك الشفاف للبصريات. إمكانية الحصول على سيراميك متعدد البلورات شفاف يتميز بتكاليف أقل وذو خواص ميكانيكية جيدة من البلورات المفردة، هو الذي دفع هذا الاهتمام مع التركيز بشكل خاص على الإيتريوم و

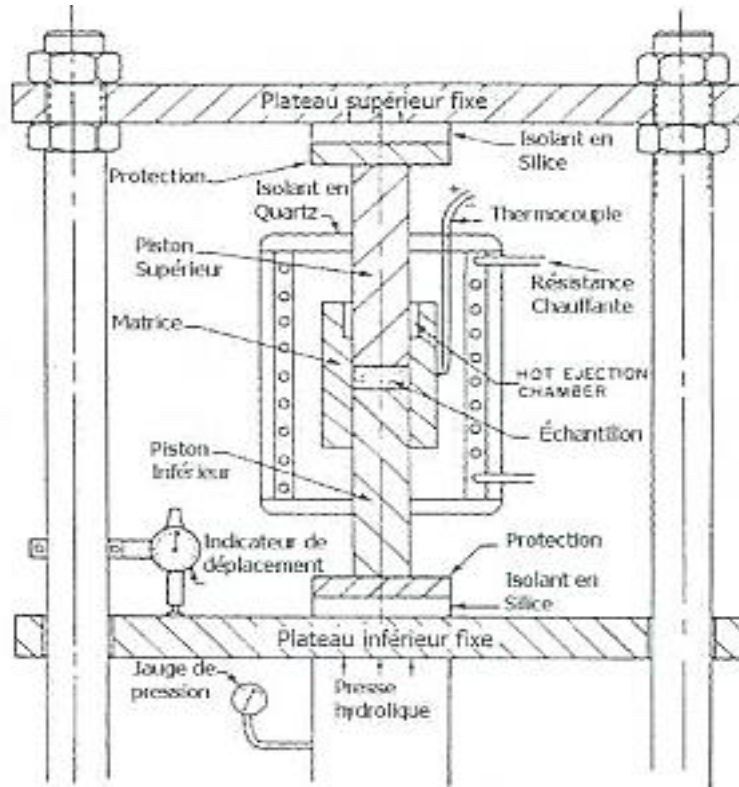
(YAG) والسبينال والزركونيا والألومينا. ومع ذلك، فإن التلوث بالجرافيت وتشكيل عيوب بلورية، معظمها فراغات أكسجين، ناتجة عن ظروف الاختزال القوية النموذجية لـ SPS. إلى جانب هذه التطبيقات الأكثر تقليدية، فتحت SPS إمكانية تحقيق المواد التي تنطوي على مشاكل أو حتى من المستحيل الحصول عليها باستخدام أساليب التلبيد التقليدية.

2.II تقنية HP

يسمح التلبيد بالضغط الساخن بالتطبيق المتزامن للحرارة والضغط لتصنيع المواد الصلبة والهشة [8, 9]. تم استخدام التلبيد HP لتصنيع السيراميك الشفاف متعدد البلورات [10]، مثل السبينال الشفاف $MgAl_2O_4$ [11]- [12]، و السيراميك الضوئي الكهربائي الشفاف مثل الخزف الشفاف (PLZT) [13]. تم تطوير هذه التقنية إلى ما يسمى التلبيد متساوي الضغط من جميع الإتجاهات (HIP) بالإضافة إلى الزيادة في درجات الحرارة. تم أيضًا تصنيع بعض الخزفيات الشفافة متعددة البلورات بواسطة التلبيد بالضغط الساخن متبوعًا بالضغط المتساوي الساخن مثل الألومين و السبينال [14, 15].

1.2.II مبدأ عمل تقنية HP

تاريخيا هي أول عملية تستخدم الضغط لتحسين الكثافة النهائية. يتم تحقيق التلبيد بالضغط و الحرارة من خلال التطبيق المتزامن للحرارة والضغط في نفس الوقت. يعمل التكتيف عند الضغط العالي على إعادة ترتيب الحبيبات وتدفع المادة السائلة في الفراغات. أصبحت تقنية HP مهمة للحصول على السيراميك الشفاف. يوضح الشكل II. 6 رسما تخطيطيا لتقنية الضغط الساخن (HTHP). يتكون الجهاز من فرن من الجرافيت، مٌغلف برقائق CaF_2 و Pb و طبقة من CaF_2 . تعمل رقائق Pb كمواد تشحيم للفرن أثناء الدفع بعد التجربة.



الشكل 6.II : رسم تخطيطي للضغط ساخن HP [5].

2.2.II إيجابيات وسلبيات تقنية HP

أ- الإيجابيات

الميزة الرئيسية لعمليات التلبيد لهذه التقنية هي الزيادة في حركية التكتيف، فيما يتعلق بمعدل نمو الحبيبات. تتيح هذه التقنية الحصول على مواد ذات ضغط جيد وحجم حبيبات أصغر. علاوة على ذلك، تؤدي الزيادة في نسبة d / G إلى تقليل وقت التلبيد ودرجات الحرارة [5].

ب- السلبيات

العيب الرئيسي لهذه التقنية هو تكاليف التركيب والصيانة والإنتاج. حجم العينة هو أيضا مشكلة في حالة الضغط الساخن، يمكن استخدام الأشكال البسيطة فقط للسماح بإزالة الأجزاء من القالب دون إتلاف. هذه التقنية تسبب أيضًا مشاكل في تباين الحبيبات بسبب الضغط أحادي المحور [5].

3. II تقنية HIP

تجمع هذه العملية بين الضغوط الميكانيكية والحرارية. مبدؤها هو وضع المسحوق في وعاء يتم تطبيق الضغط عليه. يصل هذا إلى درجة حرارة قريبة من درجة انصهار المادة. تُستخدم هذه الطريقة لتلييد المواد مثل الأدوات الفولاذية والسبائك الفائقة القائمة على النيكل والتيتانيوم ومركبات مصفوفة الألومنيوم. الأجزاء التي تم الحصول عليها من خلال هذه العملية لها خصائص فيزيائية وميكانيكية جيدة مع الحد الأدنى من الفراغات. على غرار التقنية السابقة، الضغط هنا يكون متوازنًا، أي بنفس القيمة في جميع الاتجاهات.

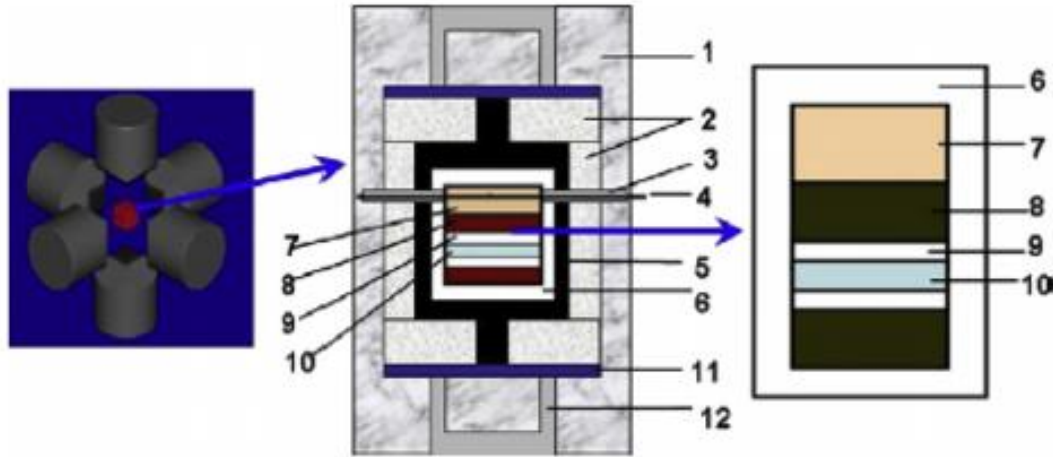
يستخدم HIP لتقليل الفراغات وزيادة كثافة السيراميك عن طريق تطبيق درجة الحرارة والضغط من خلال الغاز. غالبًا ما يتم دمج هذه العملية مع تقنيات أخرى (HP أو تلييد تحت الفراغ أو SPS) ، حيث يتم استخدامها كخطوة أخيرة لإزالة الفراغات المتبقية [16].

1.3. II مبدأ عمل تقنية HIP

الضغط المتساوي الثابت (HIP) هو عملية تصنيع مستخدمة تقلل من مسامية المعادن وتزيد من كثافتها المختلفة وكذا المواد الخزفية. يتم تسخين الغرفة، مما يتسبب في الضغط داخل الوعاء الذي يكون متساويًا في جميع الاتجاهات. تستخدم العديد من أنظمة الغاز المصاحب للضغط لتحقيق مستويات الضغط المطلوبة. يتم تطبيق الضغط للمواد من جميع الاتجاهات [12].

2.3. II إيجابيات وسلبيات تقنية HIP

تتمتع تقنية HIP بنفس مزايا الضغط الساخن ويسمح بتقليل درجة حرارة التلييد. في حالة الضغط المتساوي الساخن، يجب وضع كل عينة في غلاف معدني مقاوم للحرارة. هذا يؤدي إلى إنتاج عينات من الأشكال البسيطة عند الإخراج مع نتيجة طبيعية لتكلفة إضافية لتصنيع الأجزاء الوظيفية [5].



الشكل 7. II: رسم تخطيطي لجزء تجميع العينة في تجارب التليد ذات الضغط العالي في درجات الحرارة المنخفضة (LTHP): (1) ، البيروفيلايت، (2) الدولوميت، (3) أنبوب السيراميك، (4) المزدوجات الحرارية ، (5) سخان الجرافيت، (6) كبسولة كلوريد الصوديوم، (7) hBN ، (8) ركيزة ، (9) ورقة كلوريد الصوديوم، (10) عينة، (11) لوح مو و (12) رصاص سخان فولاذي [5] .

4. II تقنية التليد بالأموح الميكرونية (MW)

تختلف تقنية تليد الميكروويف عن باقي تقنيات التليد التقليدية لأنها تحول الموجات الدقيقة الممتصة إلى حرارة داخل العينة، مما يؤدي إلى زيادة الطاقة التليد، و يؤدي هذا إلى حجم حبيبات أصغر، وخصائص ميكانيكية أفضل.

تم استخدام التليد بالميكروويف لتحضير العديد من الخزفيات الشفافة متعددة البلورات، مثل سيراميك أوكسينيتريد الألومنيوم الشفاف (AION) [17] ، وسيراميك الميليت الشفاف.

تم إنتاج سيراميك شفاف مختلف، مثل الألومين، وYAG، والميليت، عن طريق التليد بالميكروويف. على سبيل المثال، جعلت هذه الطريقة أنه من الممكن تحويل قلب السيراميك متعدد البلورات إلى بلورات مفردة بدون حدود حبيبية [18]. وبالتالي تم تحسين النقل بنسبة 20% مقارنةً بالسيراميك الملبد بدون تقنية تليد الميكروويف.

جعلت طريقة التلييد بالميكروويف سهولة زيادة انتشار الأنواع الأيونية مثل Al^{3+} في حالة YAG [19] وبالتالي تقليل درجة حرارة التلييد لـ YAG.

5.II تقنية التلييد بالفراغ

تعتمد تقنية التلييد هذه على معدات ذات مستوى تفرغ عالي (10^{-6} تور) لتحقيق التكتيف المطلوب. التلييد بالفراغ هو الأسلوب الأكثر استخدامًا لصنع السيراميك الشفاف، غالبًا في العديد من المعالجات الحرارية. في الواقع، إنها عملية بسيطة وغير مكلفة يمكن استخدامها لإنتاج السيراميك كبير الحجم. تم إنتاج سيراميك أكسيد الزركونيوم الشفاف بواسطة التلييد بالفراغ (10^{-3} باسكال) عند 1650 درجة مئوية لمدة 3 ساعات [20-21]. يحتوي الغلاف المصنوع من الفولاذ المقاوم للصدأ على عنصر التسخين (شبكة مقاومة للتجستن) والعزل الحراري (شاشات W / Mo) من الفرن. هذه العلبة مثبتة على إطار في مكان مرتفع، بما في ذلك تحميل وتفرغ الأجزاء الخزفية من قاع الفرن. يتم قياس درجة الحرارة في العلبة بواسطة مزدوج حراري من النوع W / Rh ويتم تنظيمها، تمامًا مثل الغلاف الجوي، عن طريق مبرمج تحكم.

6.II مقارنة بين SPS وHIP

بمقارنة القيم المحددة لكثافة عينات SiC التي تم إنتاجها بواسطة HIP وSPS، تبين أن التقنية الثانية تجعل من الممكن الحصول على مواد أكثر كثافة عند درجات حرارة أقل من تلك المستخدمة في الأولى. تتميز حبيبات المواد الملبدة بتقنية HIP بحواف شديدة الميلان ونمو قليل جدًا. أما حبيبات المواد المحضرة بتقنية SPS فتتميز بأشكال أكثر كثافة تقريبًا وحواف أكثر نعومة. بالإضافة إلى ذلك، في درجات الحرارة التي تم أخذها في الاعتبار، يكون متوسط أحجام الحبيبات أكبر من تلك التي تم الحصول عليها باستخدام HIP. من المحتمل جدًا أن تكون درجات الحرارة العالية قد أدت إلى نمو غير طبيعي للحبيبات. كما تم تحديده سابقًا، فإن الفرق في درجة الحرارة بين تلك المقاسة بواسطة البيرومتر وتلك التي يمر بها المسحوق لا يكفي وهو مهم في شرح الاختلاف في مورفولوجيا الحبيبات، خاصة في درجات الحرارة التي تقل عن 1900 درجة مئوية. الاختلاف الوحيد هو ارتفاع درجة الحرارة، والذي ربما يكون مسؤولاً عن زيادة كثافة الحبيبات وتعديلها [5].

II. 6. مقارنة بين SPS و HP

تم توصيف عينات التلييد HP و SPS بطريقة توضح المزايا النسبية للتقنيات المختلفة. الملاحظة الأولى تتعلق بوقت المعالجة. يكون وقت التلييد الطبيعي أطول بحوالي 20 مرة من وقت تلييد HP والذي هو نفسه أطول بحوالي مرتين من تلييد SPS. من المهم أيضًا ملاحظة أن التلييد SPS افضل إنتاجًا أعلى من التلييد HP. كما ظهر خلال دراسة حديثة توفير طاقة أكبر من 80% أثناء المعالجة بواسطة SPS مقارنة بـ HP [22].

المراجع

1. Roussel, N., et al., Highly Dense, Transparent α - Al_2O_3 Ceramics From Ultrafine Nanoparticles Via a Standard SPS Sintering. 2013. 96 (4): p. 1039-1042.
2. Palmero, P., et al., Surface and mechanical properties of transparent polycrystalline YAG fabricated by SPS. 2013. 48(7): p. 2589-2597.
3. Fu, P., et al., Transparent polycrystalline MgAl_2O_4 ceramic fabricated by spark plasma sintering: Microwave dielectric and optical properties. 2013. 39(3): p. 2481-2487.
4. Wu, Y.J., et al., Transparent barium strontium titanate ceramics prepared by spark plasma sintering. 2011. 94(5): p. 1343-1345.
5. Guillard, F., Densification des carbures de silicium et de zirconium par un procédé innovant: le spark plasma sintering. 2006, Toulouse 3.
6. Anselmi-Tamburini, U., et al., Fundamental investigations on the spark plasma sintering/synthesis process: II. Modeling of current and temperature distributions. 2005. 394(1-2): p. 139-148.
7. Yanagisawa, O., et al., Observation of particle behavior in copper powder compact during pulsed electric discharge. 2003. 350(1-2): p. 184-189.
8. Ahmad, I., M.A.J.J.o.m.e. Dar, and performance, Structure and Properties of Y_2O_3 -Doped Al_2O_3 -MWCNT Nanocomposites Prepared by Pressureless Sintering and Hot-Pressing. 2014. 23 (6): p. 21.2119-10
9. Schleef, S., H. Löwe, and M.J.A.m. Schneebeli, Hot-pressure sintering of low-density snow analyzed by X-ray microtomography and in situ microcompression. 2014. 71: p. 185-194.
10. Vasilos, T. and R.J.P.i.C.S. Spriggs, Pressure sintering of ceramics. 1966. 4: p. 95-132.
11. Lu, T., et al., Low-temperature high-pressure preparation of transparent nanocrystalline MgAl_2O_4 ceramics. 2006. 88 (21): p. 213120.

12. Liu, K., et al., High-pressure sintering mechanism of yttrium aluminum garnet ($Y_3Al_5O_{12}$) transparent nanoceramics. 2012. 66 (6): p. 319-322.
13. Sun, P., et al., Controlled oxygen partial pressure sintering of $(Pb,La)(Zr,Ti)O_3$ ceramics. 1999. 82 (6): p. 1447-1450.
14. Dericioglu, A. and Y.J.J.o.t.E.C.S. Kagawa, Effect of grain boundary microcracking on the light transmittance of sintered transparent $MgAl_2O_4$. 2003. 23 (6): p. 951-959.
15. Sutorik, A.C., et al., Transparent solid solution magnesium aluminate spinel polycrystalline ceramic with the alumina rich composition $MgO \cdot 1.2 Al_2O_3$. 2012. (2)95p. 636-643.
16. Shackelford, J.F., Introduction to materials science for engineers. 2016: Pearson Upper Saddle River.
17. Cheng, J., et al., Microwave reactive sintering to fully transparent aluminum oxynitride (AlON) ceramics. 2001. 20(1): p.79-77 .
18. Cheng, J., et al., Microwave sintering of transparent alumina. 2002. 56(4): p. 587-592.
19. Li, M.-J., et al., Influence of ionic mobility on the phase transformation route in $Y_3Al_5O_{12}$ (YAG) stoichiometry. 2011. 31 (12): p. 2099-2106.
20. Yanagida, T., et al., Scintillation properties of transparent ceramic and single crystalline Nd: YAG scintillators. 2011. 631 (1): p. 54-57.
21. Peuchert, U., et al., Transparent cubic- ZrO_2 ceramics for application as optical lenses. 2009. 29 (2): p. 283-291.
22. Musa, C., et al., Energy efficiency during conventional and novel sintering processes: the case of $Ti-Al_2O_3-TiC$ composites. 2009. 17 (9): p. 877-882.

الفصل الثالث

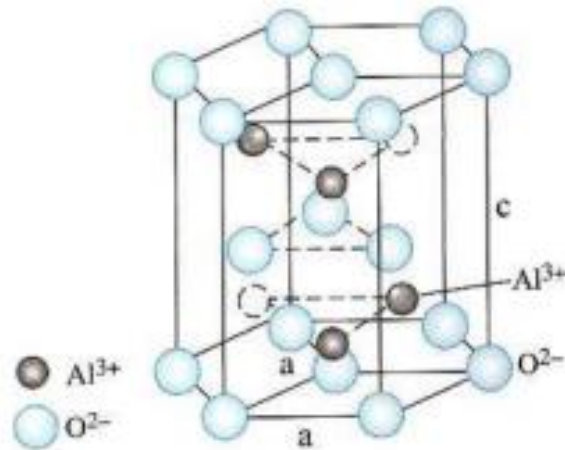
مواد تحضير الخزفيات الشفافة وتطبيقاتها

في هذا الفصل، سيتم عرض أهم المواد الخزفية، والتي يمكن حتى الآن وضعها في حالة شفافة؛ يتم أيضًا تضمين السيراميك الزجاجي الشفاف. تتم مناقشة كل الجوانب المادية المتعلقة بالهيكل والمعالجة وخصائص الأجزاء الملبدة و كذا تطبيقاتهم. تشكل هذه المواد متعددة البلورات، جنبًا إلى جنب مع البلورات المفردة، والزجاج، وبعض البوليمرات العضوية، فئة أكبر من المواد الصلبة الشفافة (أي شفافية في نطاق 0.15-25 ميكرومتر).

III . مواد تحضير الخزفيات الشفافة

1.III مركب الألومين Al_2O_3

يعتبر أكسيد الألمنيوم هو ثاني أكسيد معدني الأكثر وفرة في سطح الكرة الأرضية و يكون على شكل مسحوق أبيض مستقر للغاية. يوجد الألومين على شكل بوكسيت حيث يتم ترطيبه وخلطه بالصودا الكاوية ولاستخراجه يجب أن يتعرض لدرجات حرارة عالية وضغوط عالية. هذه العملية اخترعها العالم النمساوي باير في نهاية القرن التاسع عشر. يعتبر الألومين كمقدمة لإنتاج الألمنيوم.



الشكل 1.III: البنية البلورية لمركب الألومين $\alpha-Al_2O_3$ [1].

1.1.III مجالات استعمال الألومين Al_2O_3

❖ في شكل احادي البلورة ، يتم استخدامه كنافاذة بصرية (شفافة)

❖ في شكل المسحوق، يتم استخدامه من اجل تلميع المواد

❖ في شكل سيراميك ، يتم استخدامه في التطبيقات التالية:

-البصريات: نوافذ (UV-Visible-IR)، عدسات، مشور.

-كهربائيا: عوازل، (أشباه الموصلات)، حوامل الأقطاب الكهربائية.

-طبيا: تتمثل في الزرع وادوات الجراحة.

-هندسة العمليات: الأواني الزجاجية، زجاج الرؤية، الأفران (الأجزاء المقاومة للصر).

-الترشيح: أغشية سيراميك ، دعامات.



الشكل 2.111: صورة لسيراميك Al_2O_3 شفاف (قطر 12 مم) [2].

1.1.III تحضير الألومين Al_2O_3

❖ بتقنية SPS

تمت دراسة تلييد الألومين باستعمال تقنية sps إلى حد كبير، ودائماً بهدف تحسين أدائها (البصريات، والميكانيك، وما إلى ذلك). في الواقع ، تُظهر تقنية SPS اهتماماً خاصاً بالتحكم في البنية المجهرية بواسطة درجات الحرارة وأوقات التلييد أكثر وثوقاً من غيرها: هذا يجعل من الممكن الحد من تضخم الحبيبات مع

الحصول على معدلات تكثيف عالية. من المهم أن نتذكر أن أحجام الحبيبات الصغيرة يمكن أن تزيد بشكل كبير في الخواص الميكانيكية للألومين. أجرى shen دراسة منهجية لتأثير العوامل المختلفة مثل الوقت (t) ودرجة الحرارة (T) والضغط (P) أثناء تلييد مسحوق الألومين (حوالي 400 نانومتر) على الصلادة والمتانة [3-5] ، حصلوا على صلادة تقدر من 21 إلى 22 GPa للعينات الضخمة مع حبيبات دون الميكرومتر. أجرى Palmero دراسة مقارنة حول تأثير نوع التلييد الطبيعي و SPS وتكوين مسحوق البداية على البنية المجهرية للعينات. حصلوا عن طريق تلييد مسحوق 350 نانومتر في درجات حرارة تتراوح بين 1150°C و 1250°C [6].

من ناحية أخرى، حصل ماكينو وزملاؤه [7] على نتائج مماثلة مع عينات كثيفة و حبيبات تحت الميكرومتر. تم دراسة التلييد بواسطة SPS من أجل تحضير مواد متعددة البلورات شفافة للأشعة المرئية و الأشعة تحت الحمراء. بالنسبة لهذا النوع من المواد فإن استخدام مسحوق نقي للغاية ضروري لتعزيز انتقال الضوء. علاوة على ذلك، من الضروري الحصول على حجم فراغات أقل من 0.05% للحصول على نقل جيد للضوء. وهذا هو السبب في أن SPS ، من خلال قدرتها على الحصول على عينات كثيفة دون إضافة تلييد. ، أظهر Kim أنه من الممكن الحصول عن طريق SPS على مواد شفافة من الألومين في المجال المرئي حيث تحصلوا على فراغات متبقية تقدر ب 0.03% و حبيبات دون الميكرومتر عند درجات حرارة 1150 درجة مئوية (80 MPa) ([8] . مع ارتفاع في درجة الحرارة بسرعة كبيرة تتأثر الفراغات المتبقية التي تم الحصول عليها بمعدل ارتفاع منخفض في درجات الحرارة، أفضل نتيجة للفراغات متبقية كانت حوالي 0.002% [9]. تحصل جيانغ وآخرون [10] على الألومين الشفاف عن طريق تلييد SPS باستخدام معدلات ارتفاع درجة حرارة أسرع بكثير، مما يسمح بدورة تلييد لبضع دقائق فقط. تم الحصول على أقصى نقل ضوئي أكبر من 80% بين موجات ضعيفة من 2 μm . 6 μm

2.III مركب أكسيد المغنيزيوم MgO

أكسيد المغنيزيوم هو مادة معدنية صلبة ماصة للرطوبة والتي تكون بشكل طبيعي. يتم إنتاج أكسيد المغنيزيوم بواسطة عملية تكليس كربونات المغنيزيوم. يعتبر أكسيد المغنيزيوم مادة صلبة مقاومة للحرارة وتتمتع بخصائص فيزيائية وكيميائية ثابتة في درجات الحرارة المرتفعة.

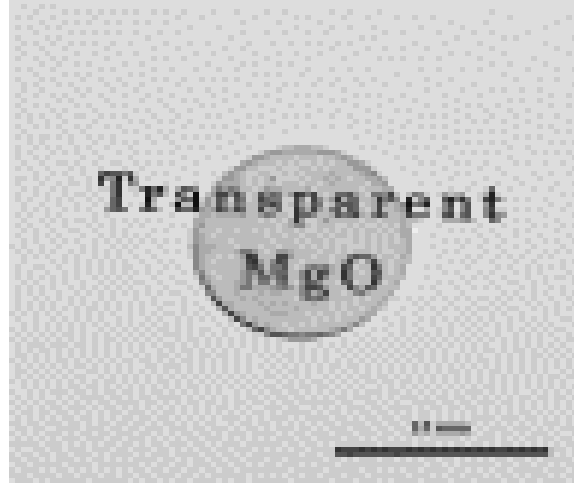
1.2.III تحضير أكسيد المغنيزيوم MgO**❖ بتقنية SPS**

تم تصنيع أكسيد المغنيزيوم متعدد البلورات باستخدام التلييد بالبلازما (SPS) في درجات حرارة وأوقات مختلفة من مسحوق MgO النانوي. تم دراسة تطور البنية المجهرية، والتكثيف و الخصائص البصرية من خلال تقنية SPS . أظهرت النتائج أن ظاهرة تشوه اللدائن كان لها تأثير عميق على حجم الحبيبات والخواص الضوئية. بالإضافة إلى ذلك، كانت الخواص الضوئية والبنية المجهرية لمواد MgO تعتمد بشدة على درجة حرارة ووقت التلييد. تم تحضير أكسيد المغنيزيوم كامل الكثافة والشفافية بالأشعة تحت الحمراء بكثافة نسبية 99.99% عند 1200°C لمدة 5 دقائق تحت ضغط 80 MPa أظهر MgO المتكلس بالبلازما أعلى نفاذية للأشعة تحت الحمراء بنسبة 72 % في نطاق الطول الموجي 3-7um [11].

❖ بتقنية HIP

يمكن تصنيع سيراميك أكسيد المغنيسيوم الشفاف (MgO) بواسطة تقنية الضغط المتساوي الساخن (HIP) باستخدام مسحوق MgO غير المتكثف بمتوسط حجم أولي يبلغ 57 nm ، كانت الكثافة النسبية ومتوسط حجم الحبيبات عند 1600°C لمدة 5 ساعات حوالي 96.7 % و 10.7 µm على التوالي. بلغت الكثافة النسبية لسيراميك MgO 99.9 % أو أكثر مع انتقال الضوء و ذلك بالضغط عند درجة حرارة تتراوح بين 1500 و 1600°C لمدة نصف ساعة . زاد متوسط حجم الحبيبات من 132 إلى 199 µm مع درجة حرارة من 1500

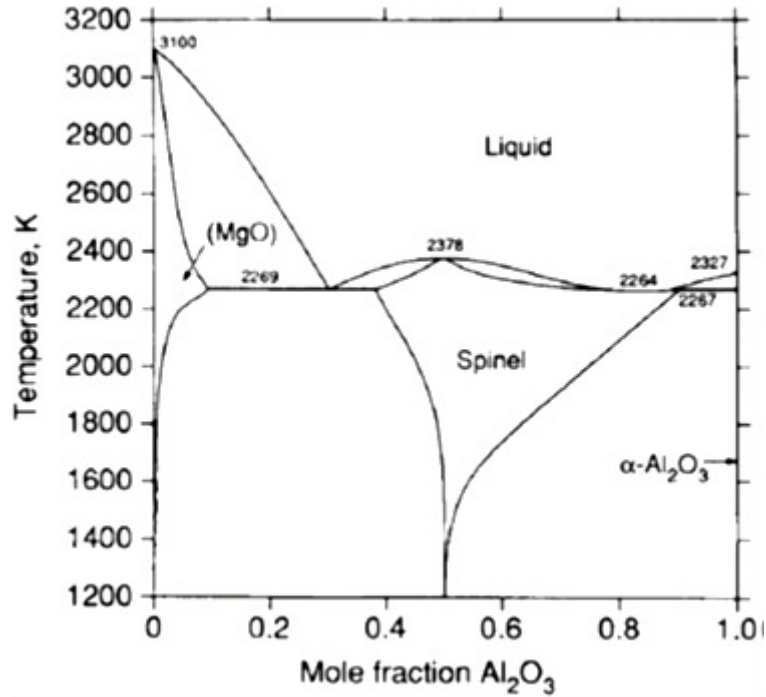
إلى 1600°C كما وصلت الموصلية الحرارية لعينة MgO هذه إلى 13.55 mW-K^{-1} ، في حين انخفض الانتشار الحراري تدريجياً لتصل إلى $0.0416 \text{ سم}^2/\text{ثانية}$ مع زيادة درجة حرارة الاختبار حتى 873 K [11].



الشكل 3.III: عينة من أكسيد المغنسيوم محضرة بتقنية HIP [11].

3.III مركب السبينال $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$

تتأثر الجودة البصرية في المواد بالعيوب التي قد تكون موجودة في البنية المجهرية. إذا يجب التحكم في نقاء الكواشف والمراحل المختلفة لإنتاج مادة السبينال التي تتشكل من مول من المغنيزيوم و مول من الألومين (تشكيل المواد الأولية ثم عملية التلييد وأخيراً المعالجة اللاحقة المحتملة) لتقليل أي عيب يمكن أن ينثر الضوء. يمكن إجراء تلييد السبينال مباشرة على مسحوق السبينال التجاري [15, 16]، تم تصنيعه في المختبر [17, 18]، أو خليط من الألومين والمغنيزيوم [19, 20]. تم تطبيق العديد من تقنيات التلييد على هذه المادة: الضغط الساخن مثل HP [20] و SPS [21] أو التلييد الطبيعي متبوعاً بمعالجة HIP [15]، تُستخدم في بعض الأحيان إضافات لتسهيل عملية التلييد مثل: (LiF) و (B₂O₃) [21-25].



الشكل III. 4: مخطط الأطوار لـ MgO-Al₂O₃ [26].

4.III 1.2.III مركب YAG (Y₂O₃)

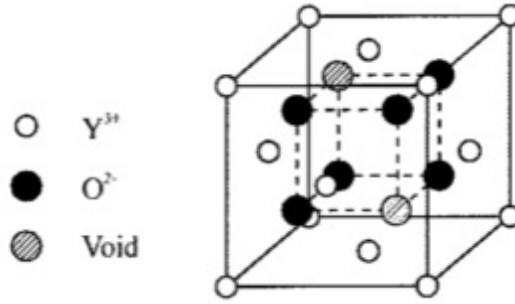
Après SPS	Recuit sous air pendant 1h			
	à 1100°C	1200°C	1250°C	1300°C

الشكل III. 5: عينة من السبينال MgAl₂O₄ محضرة بتقنية SPS [26].

تشكل أيونات الإيتريوم بنية مكعبة ممركرة الوجه وتحتل أيونات الأكسجين الموقع السطحي. ومع ذلك ، فإن

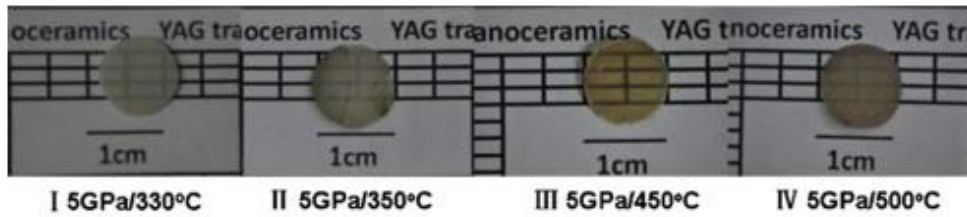
هذه البنية تعاني من نقص في أيونات الأكسجين لأن 4/1 من مواقع الأكسجين فارغة. يمكن أن يتحول هذا

الأكسيد إلى بنية أحادية الميل تحت تأثير الضغوط العالية أو السحق عالي الطاقة [11].



الشكل III.6 : البنية البلورية للمركب Y_2O_3 [11].

يحتوي نظام الألومين-الإيتريوم على مرحلتين ثابتتين من الأكاسيد ، الألومين Al_2O_3 وأكسيد الإيتريوم Y_2O_3 ، بالإضافة إلى ثلاث مراحل وسيطة : هي : YAM ، YAP ، و YAG.



الشكل III.7: صور لتحضير خزف شفاف من المركب Y_2O_3 [26].

III 1.4 مجالات الإستعمال

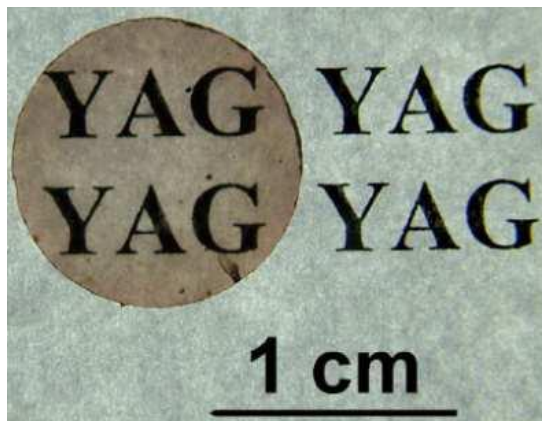
نظراً للهيكل البلوري المكعب المركزي ل YAG ، فإن خصائصه الضوئية متباينة الخواص. نظراً لاستقراره الحراري العالي وخصائصه الكيميائية المستقرة وخصائصه البصرية المتجانسة الفريدة، فإن سيراميك YAG الشفاف ليس فقط مادة هيكلية ذات درجة حرارة عالية، ولكنه أيضاً مادة ممتازة في تطبيقات الليزر عالي الطاقة [29-30]. تم تصنيع سيراميك YAG الشفاف غير المسطح بواسطة تقنيات مختلفة ، بما في ذلك التليد بالفراغ و HP و SPS [31-34] . تم أيضاً تصنيع مساحيق YAG متناهية الصغر من خلال طريقة الترسيب المشترك باستخدام كربونات هيدروجين الأمونيوم المرسب مما أدى للحصول على مادة YAG شفافة و ذلك بإستعمال التليد تحت الفراغ عند 1700 درجة مئوية لمدة 1 ساعة. كما تم إستعمال التليد بواسطة البلازما من طرف Chaim وآخرون [36] لتصنيع سيراميك YAG الشفاف عند 1400 درجة مئوية لمدة 3 دقائق باستخدام مساحيق نانومترية.

وأيضاً تم تحضير مواد YAG ذات البنية النانوية تحت ضغوط عالية ودرجات حرارة معتدلة HPMT ، قبل التلييد ، تمت معالجة المادة أيضاً بالحرارة. بعد أن عولجت العينات لمدة 30 دقيقة، تم تقليل الضغط إلى درجة حرارة معينة، ثم تم تبريد العينات في درجة حرارة الغرفة بمعدل تبريد 15 درجة مئوية / دقيقة . من أجل تطبيقات عملية مختلفة ، يجب أن يتم تطعيم سيراميك YAG بعناصر أخرى مثل Er للحصول على شفافية تصل إلى 90% [19].

III.2.4 تحضير اكسيد الايتريوم (YAG) Y_2O_3

✓ بتقنية SPS

لتحضير مساحيق YAG عن طريق التلييد بواسطة SPS فإنه يجب معرفة المعلومات الرئيسية التي يجب مراعاتها للحصول على مواد عالية الكثافة (< 99%) مما يسمح بالتحكم في بنيتها المجهرية. تم إجراء تحسين شروط التلييد للحصول على الشفافية المطلوبة لمسحوق تجاري أنتجته الشركة Baikowski. كخطوة أولى، أجريت دراسة، لعينات قطرها 30 مم وسمك 3 ملم. بعد ذلك، تم تطبيق شروط SPS وبالتالي الحصول على شفافية كبيرة للمادة المحضرة.



الشكل III. 8 : عينة من سيراميك YAG محضرة بتقنية SPS [34] .

IV. استخدامات الخزف الشفاف

يعتبر السبب الأساسي في استخدام هذه المواد في كثير من التطبيقات هي سهولة تصنيعها وأنها ذات خصائص ميكانيكية وفيزيائية جيدة و إنخفاض معامل التمدد الحراري، كما يمكن تصنيع أنواع شفافة كثيرة منها تستخدم في تطبيقات البصريات. ومن الاستخدامات الأكثر شيوعا جميع أدوات المقاومة للحرارة كنوافذ الأفران والمحولات الحرارية.

تشمل أيضا التطبيقات الشائعة للدروع الشفافة لحماية الأفراد على شكل دروع وأقنعة للوجه ونوافذ المركبات الأرضية والسيارات المصفحة والزجاج الأمامي و نوافذ للطائرات. هناك أيضا حاجة للنوافذ والقباب الكبيرة و أنظمة الأسلحة متعددة الأوضاع التي تتعرض لضرر خارجي.

تعتبر مجالات تطبيق هذه الخزفيات الشفافة كثيرة و متنوعة فنجدها مثلا في الإلكترونيات تستعمل في أجهزة التحكم في الاستقطاب (PC)، والمرشحات الجيبية ، والمرشحات الضوئية القابلة للضبط.

كما نجدها أيضا في مجال البصريات حيث أصبحت تستخدم كبديل يحل محل البلورات لتطبيقات الوميضية مثل طيفي أشعة جاما والتصوير الشعاعي.

من خلال الجمع بين مزايا الزجاج والبلورات المتعددة، يبدو أن السيراميك الشفاف مادة واعدة في مجال تطبيقات الليزر عالية الأداء [37-38].

المراجع

1. Askeland, D.R., et al., The science and engineering of materials. 2003.
2. Shen, Z., H. Peng, and M.J.A.m. Nygren, Formidable increase in the superplasticity of ceramics in the presence of an electric field. 2003. 15(12): p. 1006-1009.
3. HAYASHI, K., K. Gotoh, and T.J.J.o.t.C.S.o.J. NISHIKAWA, Grain Size Dependence of Fracture Toughness in Polycrystalline Alumina. 1991. 99(1151): p. 620-624.
4. Chantikul, P., S.J. Bennison, and B.R.J.J.o.t.A.C.S. Lawn, Role of grain size in the strength and r-curve properties of alumina. 1990. 73(8): p. 2419-2427.
5. Shen, Z., et al., Spark plasma sintering of alumina. 2002. 85(8): p. 1921-1927.
6. Palmero, P., et al. Conventional and SPS Sintering of a nanocrystalline alumina: a comparative study. in Advances in Science and Technology. 2006. Trans Tech Publ.
7. Makino, Y., et al., Consolidation of ultrafine alumina powders with SPS method. 2007. 54(4): p. 219-225.
8. Kim, B.-N., et al., Spark plasma sintering of transparent alumina. 2007. 57(7): p. 607-610.
9. Kim, B.-N., et al., Effects of heating rate on microstructure and transparency of spark-plasma-sintered alumina. 2009. 29(2): p. 323-327.
10. Jiang, D., et al., Optically transparent polycrystalline Al_2O_3 produced by spark plasma sintering. 2008. 91(1): p. 151-154.
11. Hu, C., et al., Developments in hot pressing (HP) and hot isostatic pressing (HIP) of ceramic matrix composites. 2014. p. 177-202.
12. Bragg, W.H.J.T.L., Edinburgh,, D.P. Magazine, and J.o. Science, XXX. The structure of the spinel group of crystals. 1915. 30(176): p. 305-315.
13. Nishikawa, S.J.P.o.t.T.M.-P.S.n.S., Structure of some crystals of spinel group. 1915. 8(7): p. 199-209_1.

- 14 . Ganesh, I., A review on magnesium aluminate ($MgAl_2O_4$) spinel: synthesis, processing and applications. 2013. 5 (2)8p. 63-112.
- 15 . Maca, K., M. Trunec, and R.J.C.S. Chmelik, Processing and properties of fine-grained transparent $MgAl_2O_4$ ceramics. 2007. 51(2): p. 94.
- 16 . Benaissa, S., et al., Characterization of nanostructured $MgAl_2O_4$ ceramics fabricated by spark plasma sintering. 2016. 42(7): p. 8839-8846.
- 17 . Fu, P., et al., Transparent polycrystalline $MgAl_2O_4$ ceramic fabricated by spark plasma sintering: Microwave dielectric and optical properties. *Ceramics International*, 2013. 39(3): p. 2481-2487.
- 18 . Sarkar, R., S.K. Das, and G.J.C.I. Banerjee, Effect of additives on the densification of reaction sintered and presynthesised spinels. 2003. 29(1): p. 55-59.
- 19 . Shimada, M., et al., Fabrication of transparent spinel polycrystalline materials. 1996. 28(4-6): p.415-413 .
- 20 . Esposito, L., A. Piancastelli, and S.J.J.o.t.E.C.S. Martelli, Production and characterization of transparent $MgAl_2O_4$ prepared by hot pressing. 2013. 33(4): p. 737-747.
- 21 . Esposito, L., et al., A thermodynamic approach to obtaining transparent spinel ($MgAl_2O_4$) by hot pressing. 2015. 35(2): p. 651-661.
- 22 . Ramavath, P., et al., Optical and mechanical properties of compaction and slip cast processed transparent polycrystalline spinel ceramics. 2014. 40(4): p. 5575-5581.
- 23 . Goldstein, A., A.Goldenberg, and M.J.J.o.t.C.S.o.J. Hefetz, Transparent polycrystalline $MgAl_2O_4$ spinel with submicron grains, by low temperature sintering. 2009. 117(1371): p. 1281-1283.
- 24 . Japan, 津.J.J.o.t.C.S.o., Transparent $MgAl_2O_4$ spinel ceramics produced by HIP post-sintering. 2006. 114(1334): p. 802-806.
- 25 . Rubat du Merac, M., et al., Effect of impurities and LiF additive in hot pressed transparent magnesium aluminate spinel. 2013. 10: p. E33-E48.

- 26 . Zawrah, M.J.M.S. and E. A, Investigation of lattice constant, sintering and properties of nano Mg–Al spinels. 2004. 382(1-2): p. 362-370.
- 27 . de Groot, J.J. and J. Van Vliet, The high-pressure sodium lamp. 1986: Macmillan International Higher Education.
- 28 . Bartram, R., et al., Hole traps in Lu_2O_3 : Eu ceramic scintillators. II. Radioluminescence and thermoluminescence. 2004. 106(2): p. 169-176.
- 29 . Xu, G., et al., Preparation of highly dispersed YAG nano-sized powder by co-precipitation method. 2006. 60(7): p. 962-965.
- 30 . Ikesue, A., I. Furusato, and K.J.J.o.t.A.C.S .Kamata, Fabrication of polycrystal line, transparent YAG ceramics by a solid state reaction method. 1995. 78(1): p. 225-228.
- 31 . Ikesue, A., K. Kamata, and K.J.J.o.t.A.C.S. Yoshida, Synthesis of Nd^{3+} , Cr^{3+} codoped YAG ceramics for high efficiency solid state lasers. 1995. 78(9): p. 2545-2547.
- 32 . Ikesue, A., et al., Fabrication and optical properties of high performance polycrystalline Nd: YAG ceramics for solid state lasers. 1995. 78(4): p. 1033-1040.
- 33 . Zhang, X., et al., Novel synthesis of YAG by solvothermal method. 2005. 275(1-2): p. e1913-e1917.
- 34 . Li, J.G., et al., Low temperature fabrication of transparent yttrium aluminum garnet (YAG) ceramics without additives. 2000. 83(4): p. 961-963.
- 35 . Zych, E. and C.J.J.o.l. Brecher, Temperature dependence of host-associated luminescence from YAG transparent ceramic material. 2000. 90(3-4): p. 89-99.
- 36 . Chaim, R., M. Kalina, and J.Z.J.J.o.t.E.C.S. Shen, Transparent yttrium aluminum garnet (YAG) ceramics by spark plasma sintering. 2007. 27(11): p. 3331.3337-
- 37 . Liu, K., et al., High-pressure sintering mechanism of yttrium aluminum garnet ($\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$) transparent nanoceramics. Scripta Materialia, 2012. 66(6): p. 319-322.

- 38 . Jiang, H., et al. Transparent electro-optic ceramics and devices. in Optoelectronic Devices and Integration. 2005. International Society for Optics and Photonics .

الخاتمة

إستعرضنا في هذه المذكرة، في معظم فصولها، بحوث ونتائج العديد من الباحثين في السنوات الماضية حول ما يتعلق بالخزف الشفاف. عموما تعتمد شفافية المادة على الطول الموجي للأشعة الساقطة، على سبيل المثال، يكون الزجاج شفافاً في النطاق المرئي فقط بينما لا يكون شفافاً في النطاق اللامرئي و هذه خاصية يتميز بها الزجاج عن باقي المواد الشفافة. إن معرفة شروط الشفافية في المواد الخزفية الشفافة يسهل كثيراً من زيادة الشفافية هذه المواد الخزفية. طرق وتقنيات التحضير المواد الخزفية الشفافة متعددة و متنوعة تهدف لزيادة كثافة المواد و تقليل العيوب فيها ونذكر على سبيل المثال التلييد بالضغط العالي (HP)، التلييد تحت الفراغ (sous vide)، التلييد بإستعمال البلازما (SPS)، التلييد بإستعمال الضغط المتماثل في جميع الإتجاهات (HIP) وآخرها التلييد بإستعمال الأمواج الميكرونية.

تطرقنا أيضا إلى مواد تحضير الخزف الشفاف ومن بين هذه المواد مركب الألومين Al_2O_3 ، مركب أكسيد المنغنيزيوم MgO، مركب السبيناك $MgO-Al_2O_3$ و كذلك مركب (YAG) ، كما فصلنا أيضا طرق وتقنيات تحضير هذه المركبات الشفافة.

في الأخير تناولنا إستخدامات الخزف الشفاف في مختلف المجالات مثل استعماله في الطيران و الفضاء، في البصريات وفي التطبيقات الإلكترونية و الليزر و إلى غير ذلك من مجالات الحياة.

الملخص

يهدف هذا العمل إلى معرفة ماهية الخزفيات الشفافة وكيفية الحصول عليها وعلى الشفافية اللازمة وتكثيف المواد وكيفية انتشار الضوء من خلالها. وقد تطرقنا من خلال هذا البحث إلى مختلف مواد وتقنيات تحضير الخزفيات الشفافة من بينها SPS و HP و HIP. ومن بين هذه المواد الشفافة نجد مركب الألومين وأكسيد المنغنيزيوم والسبينال وكذا مركب YAG، كما تطرقنا إلى أهم تطبيقات الخزف الشفاف في مختلف المجالات الميكانيكية و البصرية و الإلكترونية.

الكلمات المفتاحية: الخزف الشفاف، تلييد SPS، تلييد HP، تلييد HIP، ألومين، سبينال، أكسيد الايتريوم.

Abstract

This work aims to know and study transparent ceramics, how to obtain them, the required transparency, the condensation of materials and how light is transmitted through them. We discussed the various materials and techniques for preparing transparent ceramics, including SPS, HP, and HIP. Among these transparent materials we can note alumina, magnesium oxide, spinel, as well as YAG. We also discussed the most important applications of transparent ceramics in different fields of mechanics, optics and electronics.

Key-words: Transparent ceramics, SPS sintering, HP sintering, HIP sintering, Alumina, Spinel, Yttrium oxide.

Résumé

Ce travail a pour objectif la connaissance et l'étude des céramiques transparentes, comment les obtenir la transparence, la condensation des matériaux et comment la lumière est transmise à travers elles. Nous avons discuté les divers matériaux et techniques pour préparer des céramiques transparentes, y compris SPS, HP et HIP. Parmi ces matériaux transparents on peut noter l'alumine, l'oxyde de magnésium, le spinelle, ainsi que le YAG. Nous avons également discuté les applications les plus importantes des céramiques transparentes dans différents domaines de mécanique, optiques et électroniques.

Mots clés : Céramiques transparentes, Frittage SPS, Frittage HP, Frittage HIP, Alumine, Spinelle, Oxyde d'yttrium.