

بررسی روش‌های شکل‌دهی و زینتر آلومینای چند بلورین شفاف

مهدی محسنی^۱، حسن عباس زاده^۲

^۱ دانشگاه علم و صنعت ایران، ^۲ دانشگاه صنعتی مالک اشتر



mm6208@yahoo.com

مهندس مهدی محسنی مولف اصلی این مقاله، دانشجوی کارشناسی ارشد سرامیک دانشگاه علم و صنعت ایران می‌باشد.

چکیده: امروزه سرامیک‌های چندبلورین شفاف به دلیل امکان ساخت قطعات بزرگ و با اشکال پیچیده و نیز هزینه‌های تولید کمتر در مقایسه با انواع تک بلور آن‌ها در کاربردهای مختلفی همچون پنجره‌ها/کلاهک‌های مادون قرمز، کاربردهای نظامی و پوشش لامپ‌ها مورد استفاده قرار گرفته‌اند. سرامیک‌های نوری با شفافیت بالا نیازمند خلوص و دانسیته بالا می‌باشند. برای دستیابی به خلوص نهایی بالا بایستی از مواد اولیه با خلوص بالا استفاده نمود. دستیابی به دانسیته بالا نیز مستلزم استفاده از روش مناسب برای شکل‌دهی بدنه خام و نیز روش مورد استفاده برای زینتر ماده می‌باشد. بنابراین در این مقاله روش‌هایی که تا کنون برای شکل‌دهی و زینتر آلومینای چندبلور شفاف استفاده شده‌اند مورد بررسی قرار گرفته است. کلمات کلیدی: آلومینای چندبلور، سرامیک شفاف، زینتر سرامیک، شکل دادن سرامیک

۱- مقدمه

آلومینا با داشتن تخلخل‌های کوچک ($<0.5\%$) و ساختار میکرونی شفافیت خوبی در ناحیه $3-5\mu\text{m}$ (مادون قرمز) و $400-900\text{nm}$ (مرئی) دارد و می‌توان آلومینای چند بلور شفاف را برای محفظه لامپ‌های بخار سدیمی فشار بالا و لامپ‌های هالیدهای فلزی^۱ به کار برد [۳ و ۲]. عدم شفافیت در بسیاری از مواد پیشرفته، همچون کامپوزیت‌ها و سرامیک‌های مهندسی که کاربردهای نظامی دارند سبب شده است تا آلومینای شفاف در قطعات حساس نظامی مانند کلاهک‌های مادون قرمز به کار رود. آلومینای چند بلور در بین مواد سرامیکی مورد استفاده در کاربردهای نظامی^۲ دارای بالاترین سختی می‌باشد [۴ و ۵].

۲- روش‌های شکل‌دهی قطعات آلومینایی شفاف

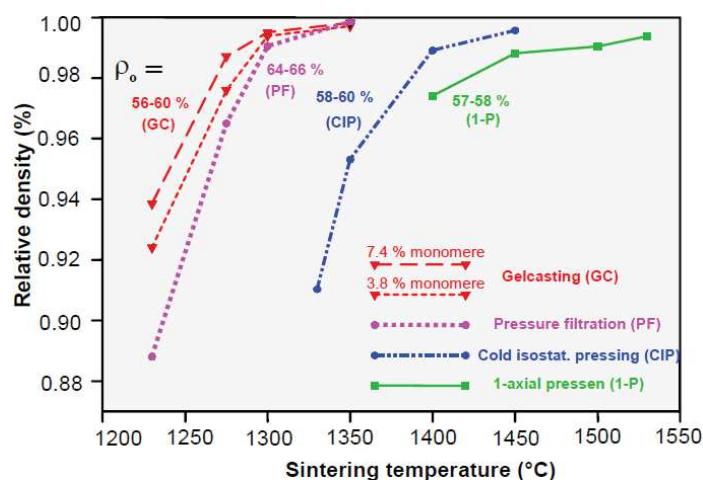
تاکنون از فرآیندهای شکل‌دهی مختلفی برای ساخت آلومینای شفاف استفاده شده است. برخی از این روش‌ها عبارتند از ریخته‌گری دوغابی، ریخته‌گری ژله‌ای و پرس ایزواستاتیک سرد. محققینی همچون Lallemand [۶] و Aman [۷] نشان دادند ریزساختار نهایی تا حد زیادی به فرآیند شکل‌دهی بدنه‌ی خام وابسته است و ساخت آلومینای شفاف نیازمند دقت کافی در فرآوری بدنه خام می‌باشد. برخی از نکات مهم در این رابطه عبارتند از: جلوگیری از تشکیل آگلومره‌های بزرگ، همگنی تراکم ذرات و اندازه حفرات و دانسیته خام بالا. کرل^۳ و همکارانش دریافتند که روش‌های مختلف به دلیل تفاوت در درجه یکنواختی ساختار قطعه منجر به اختلاف در دمای زینتر و در نتیجه خواص نهایی قطعات می‌گردد [۸]. آن‌ها نشان دادند که دستیابی به بالاترین دانسیته پس از زینتر ($>99.9\%$) در دماهای پایین با استفاده از روش‌های پیشرفته فرآوری که بدنه‌های خامی با همگنی بیشتر را فراهم می‌نمایند امکان پذیر است. بدنه‌های ریخته‌گری دوغابی مانند بدنه‌های ریخته‌گری ژله‌ای دارای دانسیته نهایی بالایی می‌باشند. به علاوه به دلیل زینتر در دمای پایین‌تر دارای ریزساختاری ظریف‌تر می‌باشند (شکل ۱) [۹]. شکل ۲ ریزساختار حاصل از فرآیند HIP

¹ High pressure sodium and metal- halid lamps

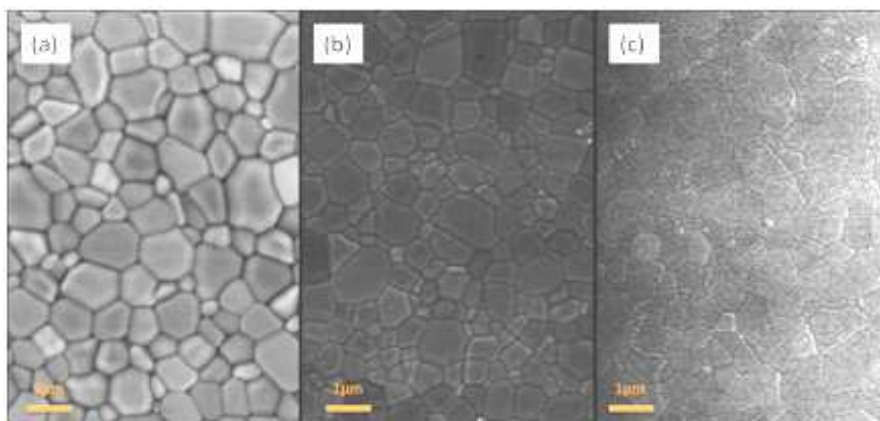
² Armor ceramics

³ Krell

(۴ ساعت در اتمسفر آرگون و دمای 1200°C و فشار 200MPa) را برای نمونه‌های تهیه شده به روش‌های پرس کلئیدی^۱ و ریخته‌گری دوغابی نشان می‌دهد. پرس کلئیدی در مقایسه با ریخته‌گری دوغابی منجر به دستیابی به دانسیته و عبور بالاتر می‌گردد [۱۰].



شکل ۱- اثر روش شکل‌دهی بر دمای زینتر و دانسیته نهایی زینتر بدون فشار آلومینا (۲ ساعت در هوا) [۹]

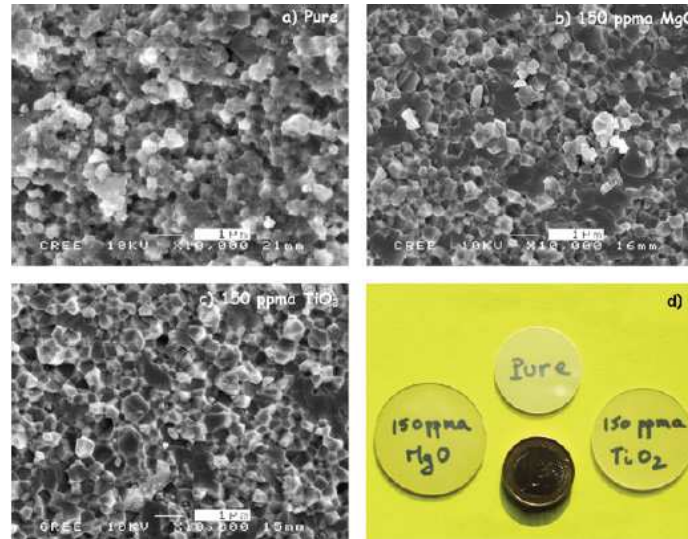


شکل ۲- ریزساختار نمونه‌های HIP شده (a) پرس کلئیدی با ۷۵٪ وزنی جامد (b) ریخته‌گری دوغابی با ۷۵٪ وزنی جامد (c) ریخته‌گری دوغابی با ۷۸٪ وزنی جامد و دوپ شده با MgO [۱۰]

روش‌های شکل‌دهی دیگری مانند رسوب‌دهی الکتروفوریتیک^۲ [۱۱] و قالب‌گیری تزریقی پودر^۳ [۱۲] نیز توسط برخی از محققین برای ساخت آلومینای شفاف مورد استفاده قرار گرفته است.

متداول‌ترین افزودنی مورد استفاده در زینتر آلومینای شفاف MgO می‌باشد. مشخص شده است که MgO از رشد نرمال و غیرنرمال دانه‌ها در آلومینا جلوگیری می‌نماید. استفاده از افزودنی‌های دیگری مانند TiO_2 [۱۳] و Y_2O_3 [۱۴ و ۱۵] نیز توسط برخی محققین مورد بررسی قرار گرفته است. اضافه کردن افزودنی‌ها به روش‌های مختلفی مانند رسوب‌گذاری شیمیایی، تلقیح، آسیاب گلوله‌ای و روش‌های کلئیدی [۱۶، ۱۷ و ۱۸] انجام شده و مشخص گردیده است که روش‌های تلقیح و کلئیدی برای دستیابی به توزیع همگن افزودنی‌ها، همگنی بیشتر ریزساختار و بهبود عبور مناسب‌تر می‌باشند. همچنین استفاده همزمان از چند نوع افزودنی و استفاده از افزودنی‌های بر پایه نمک‌های کلریدی باعث افزایش بیشتر دانسیته نسبی و عبور می‌گردد [۲۰، ۱۹، ۱۸ و ۲۱]. شکل ۳ اثر افزودن MgO و TiO_2 را بر ریزساختار و عبور آلومینا نشان می‌دهد. مشاهده می‌گردد افزودن MgO باعث کاهش اندازه دانه در یک دانسیته نسبی مشخص نسبت به آلومینای خالص می‌گردد در حالیکه افزودن TiO_2 اثر چندانی بر آن ندارد [۲۲].

¹ Colloidal Pressing
² Electrophoretic deposition
³ Powder injection molding



شکل ۳- ریزساختار پس از زینتر به مدت ۳ ساعت در دمای 1250°C و HIP به مدت ۱۵ ساعت در 1250°C (a) خالص (b) 150 ppm MgO (c) 150 ppm TiO_2 و (d) تصویر پنجره‌های پولیش شده [۲۲]

۳- زینتر آلومینای شفاف

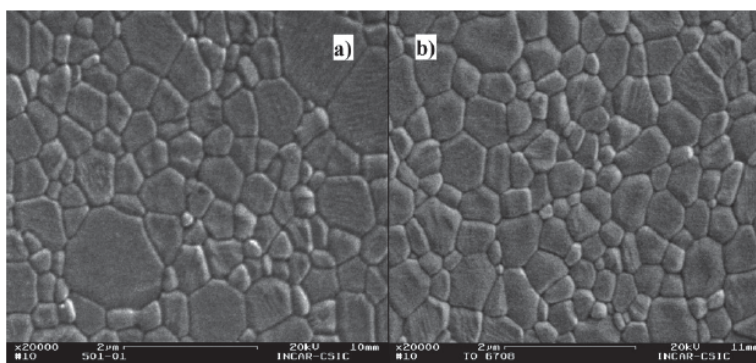
الف) زینتر بدون فشار

نخستین بار Coble نشان داد که با افزودن مقدار کمی MgO (۱٪ وزنی) به آلومینا و زینتر در محدوده 1950°C – 1800°C می‌توان آلومینای شفاف به دست آورد (لوکالوکس) [۲۳]. لوکالوکس ماده‌ای نیمه‌شفاف در محدوده مرئی و ابتدا و مرکز امواج مادون قرمز بود. این ماده عبور کلی بسیار بالایی داشت در حالیکه عبور خطی آن در محدوده مرئی ضعیف و در مرکز مادون قرمز متوسط بود [۲۴].

تحقیقات نشان داده است برای دست‌یابی به دانسیته‌ای نزدیک به دانسیته تئوری بایستی گازهای مورد استفاده به عنوان اتمسفر زینتر در آلومینا حل شوند. گازهای غیرمحلول به دلیل تولید فشار برگشتی^۲ که با انقباض حفرات مخالفت می‌نماید منجر به کاهش نیروی محرکه تراکم می‌گردند [۲۵]. در شرایط معمولی سرعت زینتر به دلیل تشکیل فاز مایع بالاتر است اما برای شرایط تمیز (خلأ یا اتمسفر کنترل شده) سرعت زینتر کم‌تر بوده و نیاز به دما و زمان بیشتری برای رسیدن به تراکم کامل می‌باشد [۲۶]. ما^۳ و همکارانش شرایط بهینه زینتر را نگهداری به مدت ۳۰ دقیقه در دمای 1850°C به دست آوردند. میانگین اندازه دانه نمونه زینتر شده تحت این شرایط $2.0\text{--}6\text{ }\mu\text{m}$ و دانسیته نسبی آن ۹۷/۵٪ گزارش شده است [۲۷]. او^۴ و همکارانش دریافتند هنگامی که اندازه دانه $7\text{--}2\text{ }\mu\text{m}$ باشد در دماهای 1800°C – 1300°C در نتیجه پراکندگی مای نمونه عبوری نشان نمی‌دهد. با افزایش اندازه دانه به بیش از $7\text{ }\mu\text{m}$ عبور به بیش از ۳۰٪ می‌رسد. با کاهش اندازه دانه از ۲ به $0.8\text{ }\mu\text{m}$ عبور بالای ۵۰٪ به دست می‌آید [۲۸].

اوسورو^۵ و همکارانش با استفاده از زینتر خلأ^۶ (۱۰–۶mbar) آلومینای شفاف در ناحیه IR را تهیه نمودند و دریافتند استفاده از خلأ بالا در مقایسه با زینتر در هوا باعث ایجاد نمونه‌هایی با اندازه دانه، حفرات درون‌دانه‌ای و ناخالصی‌های کمتر در مرز دانه‌ها می‌شود و امکان رسیدن به دانسیته بالا (۹۹٪) بدون رشد دانه افراطی ($1\text{ }\mu\text{m}$ میانگین اندازه دانه) را فراهم می‌نماید (شکل ۴) [۲۹]. کیم^۷ و همکارانش نشان دادند زینتر دومرحله‌ای در مقایسه با زینتر معمولی به دلیل جلوگیری از تراکم موضعی در مرحله ابتدایی و حذف حفرات باقیمانده در مرحله آخر زینتر باعث افزایش عبور می‌گردد [۳۰ و ۳۱].

1 Lucalox
2 Back pressure
3 Ma
4 Y. T. O
5 Osoro
6 High vacuum sintering
7 Kim



شکل ۴- تصویر SEM نمونه زینتر شده در 1400°C به مدت ۲ ساعت در (a) هوا (b) خلاء [۲۹]

(ب) پرس ایزواستاتیک گرم

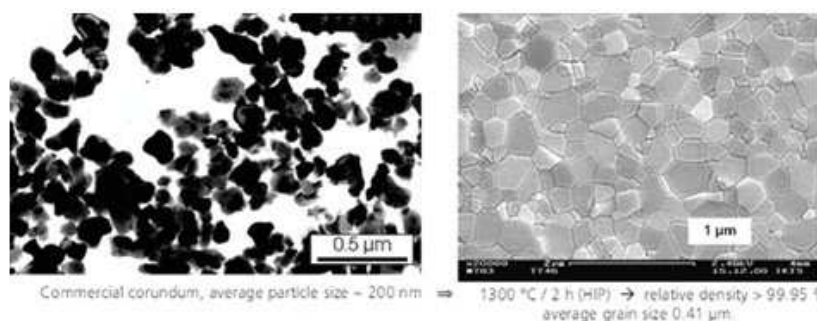
کرل و همکارانش آلومینای چند بلور با دانسیته بیشتر از ۹۹/۹٪، میانگین اندازه دانه $0.5\mu\text{m}$ و عبور خطی ۶۰٪ (نمونه با ضخامت 0.8mm و طول موج 650nm) را از طریق ریخته‌گری ژله‌ای و سپس زینتر به روش HIP در محدوده دمایی $1150-1400^{\circ}\text{C}$ تهیه نمودند. جدول ۱ اثر شرایط مختلف فرایند HIP را بر روی عبور نمونه‌های با دانسیته بیشتر از ۹۹/۹٪ را نشان می‌دهد [۳۲]. اعمال فشار خارجی در حین فرایند HIP در مقایسه با روش بدون فشار عامل ممانعت کننده در برابر رشد دانه می‌باشد [۳۳].

جدول ۱- اثر شرایط فرایند HIP و پراکنده سازی پودر بر روی عبور خطی واقعی و عبور کلی [۳۲]

Means of dispersion	pH	Pre-sintering + HIP conditions ($^{\circ}\text{C}/\text{h}$)	Average grain size (μm)	RIT (TFT) measured data (%)	RIT _{theor} (%)	Δ_{RIT} (%) ²
Stirring + US	4	1250/2 + 1250/2	0.55	40 (72)	59	-19
Stirring + US	4	1250/2 + 1200/12	0.53	47 (76)	59	-12
Stirring + US + milling	4	1270-1290/2 + 1200/12	0.62-0.69	53-57 (80-83)	53-56	~0
Stirring + US + milling	9	1280/2 + 1200/15	0.59	55 (84)	57	-2

¹All samples doped with 0.03 wt% MgO. ²Deviation of the measured from the theoretical¹ (at zero porosity) RIT.

آن‌ها همچنین آلومینای چند بلور که عبور مادون قرمز برای برابر با آلومینای تک بلور دارد را به روش HIP تهیه نمودند که به دلیل دارا بودن پایداری در دمای بالا و امکان ساخت قطعاتی ضخیم با اشکال پیچیده می‌تواند در کاربردهای نظامی مورد استفاده قرار گیرد (شکل ۵) [۳۴].

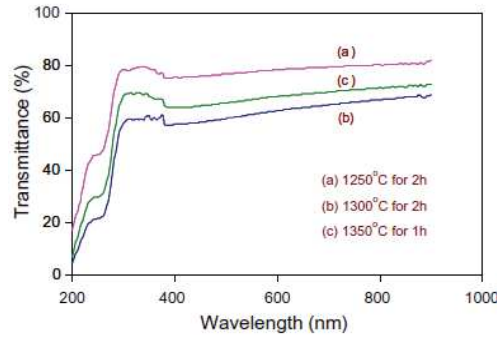


شکل ۵- تصویر SEM پودر آلومینای اولیه و ریزساختار حاصل پس از HIP به مدت ۲ ساعت در 1300°C [۳۴]

یاماشیتا^۱ و همکارانش آلومینای شفاف با استحکام و تافنس بالا را با استفاده از پیش زینتر به مدت ۲ ساعت در هوا در 1300°C و سپس HIP به مدت یک ساعت در گاز آرگون تحت فشار 150MPa و دمای 1500°C تهیه نمودند [۳۵]. افزایش تافنس شکست پس از فرایند HIP ناشی از اندازه دانه کوچکتر، انحراف ترک و تغییر حالت شکست از درون دانه‌ای به برون دانه‌ای است [۳۱]. پرومدهج^۲ و همکارانش بدنه آلومینایی کاملاً متراکم با اندازه دانه یکنواخت ($<1\mu\text{m}$) را از طریق پیش زینتر در دمای 1250°C به مدت ۲ ساعت و سپس HIP در دمای 1300°C به مدت ۲ ساعت در اتمسفر آرگون تهیه نمودند (شکل ۶) [۳۶].

¹ Yamashita

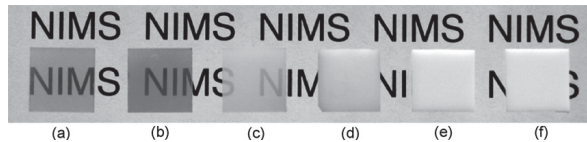
² Promdege



شکل ۶- عبور بدنه‌های آلومینایی به دست آمده تحت شرایط مختلف زینتر [۳۶]

(ج) زینتر پلاسمای جرقه‌ای^۱ (SPS)

چاکراواری^۲ و همکارانش با استفاده از روش SPS و ۵ دقیقه نگهداری در 1150°C تحت فشار 50MPa و نرخ گرمایش $175^{\circ}\text{C}/\text{min}$ توانستند آلومینای با اندازه دانه $0.5\mu\text{m}$ را به دست آورند [۳۷]. کیم^۳ و همکارانش نیز نشان دادند که نرخ گرمایش کم منجر به اندازه دانه ریز، تخلخل کم و شفافیت بالا در نمونه‌های زینتر شده به روش SPS می‌گردد. آن‌ها نشان دادند که برای دمای زینتر 1150°C به مدت ۲۰ دقیقه و با نرخ گرمایش $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ می‌توان به اندازه دانه $0.29\mu\text{m}$ ، تخلخل 0.2% و عبور خطی 46% دست یافت. شکل ۷ اثر نرخ گرمایش را بر شفافیت آلومینای زینتر شده به روش SPS نشان می‌دهد [۳۸].



شکل ۷- آلومینای زینتر شده به روش SPS با افزودن 0.125% وزنی MgO و نرخ گرمایش (a) $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (b) $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (c) $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ، (d) $25^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (e) $50^{\circ}\text{C}/\text{min}$ و (f) $100^{\circ}\text{C}/\text{min}$ [۳۸].

جیانگ^۴ و همکارانش آلومینای دارای عبور 85% در ناحیه IR را با استفاده از زینتر به مدت ۵ دقیقه در دمای 1300°C به روش SPS تهیه نمودند. آن‌ها نشان دادند ترکیبی از نرخ گرمایش کم و زمان زینتر زیاد به دلیل کاهش تخلخل‌های باقی مانده منجر به عبور IR بالاتر می‌شود [۳۹]. کیم و همکارانش آلومینای شفاف با اندازه دانه $0.27\mu\text{m}$ را به وسیله کنترل نرخ گرمایش در حین فرایند SPS تهیه نمودند. آن‌ها دریافتند آلومینای زینتر شده در دمای 1150°C با نرخ گرمایش $8^{\circ}\text{C}/\text{min}$ که 0.3% تخلخل باقیمانده دارد، دارای عبور خطی 47% در طول موج 640nm می‌باشد [۴۰]. آن‌ها همچنین نشان دادند افزودن MgO اثر چندانی بر تراکم نهایی آلومینا در روش SPS ندارد و بنابراین بر افزایش عبور کلی اثرگذار نمی‌باشد. البته افزودن MgO باعث کاهش حساسیت ریزساختار به دمای زینتر شده و از رشد دانه جلوگیری کرده و عبور خطی را افزایش می‌دهد [۴۱].

(د) زینتر ماکروویو

چنگ^۵ و همکارانش نشان دادند که با استفاده از ماکروویو می‌توان آلومینای شفافی با ریزساختار ظریف‌تر نسبت به روش زینتر معمولی را با استفاده از دما و زمان کمتر تهیه نمود. شکل ۱۱ ریزساختار به دست آمده برای دماها و زمان‌های زینتر مختلف را نشان می‌دهد. تمام نمونه‌ها دارای دانسیته $3/97\text{g}/\text{cm}^3$ ($\sim 100\%$ دانسیته تئوری) می‌باشند [۴۲]. گزارش شده است که با استفاده از ماکروویو می‌توان دمای زینتر آلومینا را نسبت به روش زینتر معمولی تا 250°C کاهش داد [۴۳]. مشخص شده است که استفاده از پودر آلومینای آمورف که واکنش پذیری بالایی دارد منجر به افزایش تراکم تا 60% (نسبت به زینتر معمولی) می‌شود اما پودر آلومینای آلفا با بلورینگی بسیار بالا هیچ‌گونه افزایش تراکمی را نشان نمی‌دهد که نشان دهنده وابسته بودن اثر ماکروویو به طبیعت پیش ماده مورد استفاده است [۴۴].

¹ Spark plasma sintering

² Chakravarty

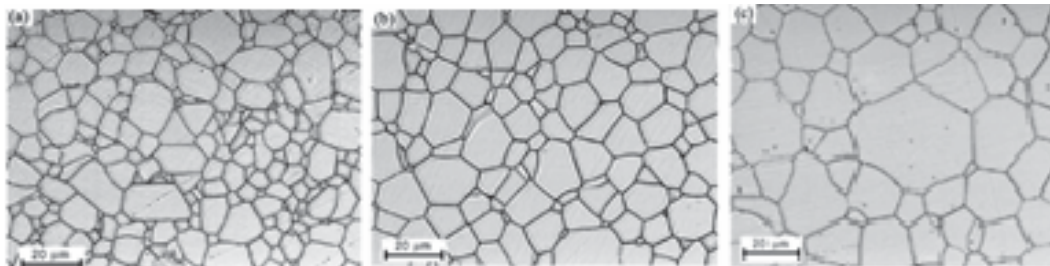
³ Kim

⁴ Jiang

⁵ Cheng

۵) پرس گرم

فشار مکانیکی در حین زینتر نقش موثری بر سرعت تراکم‌پذیری دارد و از رشد دانه جلوگیری نموده و در نتیجه می‌توان به دانسیته تئوری بالاتری دست یافت [۴۵]. البته در صورت بالا بودن فشار دانه‌ها به صورت کشیده شده و جهت‌دار و عمود بر محور پرس آرایش می‌یابند [۴۶]. در پرس گرم در مقادیر بسیار کم MgO (تا ۴۰۰ ppm) افزایش مقدار MgO منجر به افزایش خطی نرخ تراکم می‌گردد. در مقادیر بالاتر اشباع رخ داده و نرخ تراکم ثابت می‌گردد. اما با افزایش بیشتر از ۱٪ وزنی مجدداً افزایش نرخ تراکم با افزایش مقدار MgO مشاهده می‌شود [۴۵].



شکل ۸- ریزساختار آلومینا با ۰/۰۵ درصد وزنی MgO. زینتر با استفاده از ماکروویو در دمای ۱۷۵۰°C، نرخ حرارت دهی ۱۰۰°C/min برای مدت زمان (a) ۱۵، (b) ۳۰ و (c) ۴۵ دقیقه، صورت گرفته است [۴۲].

پلین^۱ اثر اتمسفر، دما و فشار را بر دانسیته آلومینای زینتر شده به روش پرس گرم بررسی نمود و دریافت که با تغییر نوع اتمسفر، دانسیته تغییر چندانی نمی‌کند و تمام نمونه‌ها دارای دانسیته‌ای نزدیک به مقدار تئوری می‌باشند. تغییر نوع اتمسفر باعث تغییر رنگ نمونه‌ها می‌گردد [۴۷]. مهم‌ترین تفاوت آلومینای زینتر شده به روش پرس گرم با آلومینای زینتر شده به روش زینتر بدون فشار میانگین اندازه دانه کمتر در پرس گرم نسبت به زینتر بدون فشار است که ناشی از دمای زینتر کمتر در پرس گرم (۱۴۰۰°C در برابر ۱۸۵۰°C) و در نتیجه عبور خطی بالاتر در پرس گرم می‌باشد (تقریباً دو برابر برای طول موج ۲μm). تفاوت ریزساختار و پارامترهای ساخت بین پرس گرم و زینتر معمولی در جدول ۲ آمده است [۴۷ و ۴۸].

جدول ۲- شرایط کاری و ریز ساختاری آلومینای پرس گرم شده و زینتر شده به روش معمولی [۴۷]

	hot-pressed alumina	sintered alumina
temperature	1400 °C	1850 °C
time	0.5 h	10 h
pressure	125 MN/m ²	0.1 MN/m ²
atmosphere	not critical	H ₂
additive	-	MgO
mean grain size	1.5 μm	25 μm
mean pore size	0.2 μm	1.0 μm
density	≥ 99.9 %	≥ 99.9 %
position of the pores	intergranular	intragranular

۴- نتیجه گیری

در آلومینای چندبلور بیشترین شفافیت، برای دانه‌های زیرمیکرونی و تخلخل کمتر از ۱/۰٪ حاصل می‌شود. مطالعات نشان می‌دهد که برای این منظور استفاده از روش‌های شکل‌دهی تر مناسب‌تر می‌باشد. بدنه‌های شکل‌داده شده با این روش‌ها می‌توانند در دماهای کمتری، نسبت به روش‌های خشک، به دانسیته بالا برسند. بهترین روش زینتر گزارش شده در منابع روش HIP می‌باشد. محدوده دمایی ذکر شده برای انجام این فرآیند ۱۳۰۰-۱۲۰۰°C می‌باشد. نوع افزودنی و اتمسفر زینتر مورد استفاده دو عامل مهم در دستیابی به شفافیت مطلوب می‌باشند. متداول‌ترین افزودنی به کار رفته در زینتر آلومینای شفاف MgO و متداول‌ترین اتمسفرهای استفاده شده هیدروژن و آرگون می‌باشند.

¹ Peelen

- [1] Krell. A. et al, Transmission physics and consequences for materials selection, manufacturing and applications, J. Eu. Ceram. Soc, Vol.29, pp 207–221, (2009).
- [2] Wei. G.C. Transparent ceramics for lighting, J. Eu. Ceram. Soc, Vol.29, pp 237–244, (2009).
- [3] Bodigova. K and Sajgalik. P, Two-Stage Sintering of Alumina with Submicrometer Grain Size, J. Am. Ceram. Soc, Vol.90, No.1, pp 330–332, (2007).
- [4] Krell. A. et al, Processing of High-Density Submicrometer Al_2O_3 for New Applications, J. Am. Ceram. Soc, Vol.86, No.4, pp 546–53, (2003).
- [5] Parish. M. et al, Aerodynamic IR Domes of Polycrystalline Alumina, Window and Dome Technologies and Materials IX, Vol.5786, pp 195-205, (2005).
- [6] Lallemand. L. et al, Transparent polycrystalline alumina obtained by SPS: Green bodies processing effect, J. Eu. Ceram. Soc, Vol.32, pp 2909–2915, (2012).
- [7] Aman. Y. et al, Influence of green state processes on the sintering behaviour and the subsequent optical properties of spark plasma sintered alumina, J. Eu. Ceram. Soc, Vol.29, pp3363–3370, (2009).
- [8] Krell. A & Blank. P, The influence of shaping method on the grain size dependence of strength in dense submicrometre alumina, J. Eu. Ceram. Soc, Vol.16, pp1189-1200, (1996).
- [9] Krell. A and Klimke. J, Effects of the Homogeneity of Particle Coordination on Solid-State Sintering of Transparent Alumina, J. Am. Ceram. Soc. Vol.89, No.6, pp 1985–1992, (2006).
- [10] Wen. T and Shetty. D, Colloidal Processing and Optical Transmittance of Submicron Polycrystalline Alumina, Window and Dome Technologies and Materials XII, Vol.8016, 80160C1-80160C7, (2011).
- [11] Braun. A. et al, Transparent polycrystalline alumina ceramic with sub-micrometre microstructure by means of electrophoretic deposition, Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, Vol.37, No.4, pp 293-297, (2006).
- [12] Roh. J.Y. et al, Novel fabrication of pressure-less sintering of translucent powder injection molded (PIM) alumina blocks, Ceramics International, Vol.37 pp 321–326, (2011).
- [13] Liu. W. et al, Novel Preparation of Translucent Alumina Ceramics Induced by Doping Additives via Chemical Precipitation Method, J. Am. Ceram. Soc, Vol.94, No.10, pp 3211–3215, (2011).
- [14] Biswas. P. et al, Transparent sub-micrometre alumina from lanthanum oxide doped common grade alumina powder, Ceramics International, **Vol.39, No.8**, pp 9415–9419, (2013).
- [15] Hooker. J.D. et al, properties of rare earth oxide doped translucent polycrystalline alumina, Journal of Materials Processing Technology, Vol.118, pp 256-260, (2001).
- [16] Guanwei. L. et al, Fabrication of translucent alumina ceramics from pre-sintered bodies infiltrated with sintering additive precursor solutions, J. Eu. Ceram. Soc, Vol.32, pp 711–715, (2012).
- [17] Sathiyakumar. M and Gnanam. F.D, Influence of MnO and TiO_2 additives on density, microstructure and mechanical properties of Al_2O_3 , Ceramics International, Vol.28, pp 195–200, (2002).
- [18] Sathiyakumar. M and Gnanam. F.D, influence of additives on density microstructure and mechanical properties of alumina, Journal of Materials Processing Technology, Vol.133, pp 282-286, (2003).
- [19] Roussel. N. et al, 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, Vol.37, pp 3565–3573, (2011).
- [20] Stuer. M. et al, Transparent polycrystalline alumina using Spark plasma sintering: Effect of Mg, Y and La doping, J. Eu. Ceram. Soc, Vol.30, pp 1335–1343, (2010).
- [21] Grangerw. G and Guizard. C, Influence of Co-Doping on the Sintering Path and on the Optical Properties of a Submicronic Alumina Material, J. Am. Ceram. Soc, Vol.91, pp 1703–1706, (2008).
- [22] Grangerw. G and Guizard. C, Influence of MgO or TiO_2 doping on the sintering path and on the optical properties of a submicronic alumina material, Scripta Materialia, Vol.56, pp 983–986, (2007).
- [23] Coble. R. L, Transparent alumina and method of preparation. US patent NO 3026210, (1961).
- [24] Rahaman. M. N, Ceramic processing and sintering, John Wiley & Sons, 2nd edition, (1996).
- [25] Wei. G and Rhodes. W, Sintering of Translucent Alumina in a Nitrogen–Hydrogen Gas Atmosphere, J. Am. Ceram. Soc, Vol.83, No.7, pp 1641–48, (2000).
- [26] Bae. S and Baik. S, Sintering and grain growth of ultrapure alumina, Journal of materials science, Vol.28, pp 4197-4204, (1993).
- [27] Ma. S. et al, Sintering of translucent alumina. Journal of Materials Processing Technology, Vol.209, pp 4711–4715, (2009).
- [28] Y.T. O et al, Effect of grain size on transmittance and mechanical strength of sintered alumina, Materials Science and Engineering A, Vol.374, pp 191–195, (2004).
- [29] Osoro. G, Transparent alumina by vacuum sintering, Eu. Ceram. Soc, Vol.32, pp2925–2933, (2012).
- [30] Kim. D. et al, Improvement of translucency in Al_2O_3 ceramics by two-step sintering technique, J. Eu. Ceram. Soc, Vol.27, pp 3629–3632, (2007).
- [31] Bernal. M. H. B. et al. Hot isostatic pressing (HIP) of $\alpha-Al_2O_3$ submicron ceramics pressureless sintered at different temperatures: Improvement in mechanical properties for use in total hip arthroplasty (THA), Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials, Vol27, pp 900–906, (2009).
- [32] Krell. A et al, Transparent Sintered Corundum with High Hardness and Strength, J. Am. Ceram. Soc, Vol.86, No.1, pp 12–18, (2003).
- [33] Park. H and Park. S. Y, Grain growth behavior of alumina during sinter-HIP process, Journal of Materials science letters, Vol.20, pp 601– 603, (2001).

- [34] Krell. A. et al, Transparent sub- μm Al_2O_3 with IR transmissivity equal to sapphire, Window and Dome Technologies VIII, Vol.5078, pp 199-207, (2003).
- [35] Yamashita. I. et al, toughening and strengthening of translucent alumina, Journal of the Ceramic Society of Japan, Vol.117, No.9, pp 1052-1054, (2009).
- [36] Promdej. C. et al, Effect of hot isostatically pressed sintering on microstructure of translucent alumina compact, Current Applied Physics, Vol.9, pp 960-966, (2009).
- [37] Chakravarty. D. et al, Spark Plasma Sintering of Magnesia-Doped Alumina with High Hardness and Fracture Toughness, J. Am. Ceram. Soc, Vol.91, No.1, pp 203-208, (2008).
- [38] Kim. B. et al, Effects of heating rate on microstructure and transparency of spark-plasma-sintered alumina, J. Eu. Ceram. Soc, Vol.29, pp 323-327, (2009).
- [39] Jiang. D. et al, Optically Transparent Polycrystalline Al_2O_3 Produced by Spark Plasma Sintering, J. Am. Ceram. Soc, Vol.91, No.1, pp 151-154, (2008).
- [40] Kim. B. et al, Spark plasma sintering of transparent alumina, Scripta Materialia, Vol.57, pp 607-610, (2007).
- [41] Kim. B. N. et al, Light scattering in MgO-doped alumina fabricated by spark plasma sintering, Acta Materialia, Vol.58, pp 4527-4535, (2010).
- [42] Cheng. J. et al, Microwave sintering of transparent alumina, Materials Letters, Vol.56, pp 587-592, (2002).
- [43] Brosnan. K. H. et al, Microwave Sintering of Alumina at 2.45 GHz, J. Am. Ceram. Soc, Vol.86, No.8, pp 1307-1312, (2003).
- [44] Fang. Y. et al, Effect of powder reactivity on microwave sintering of alumina, Materials Letters, Vol.58, pp 498-501, (2004).
- [45] Harmer. M. P. and Brook. R. J., The effect of MgO additions on the kinetics of hot pressing in Al_2O_3 , Journal of materials science, Vol.15, pp 3017-3024, (1980).
- [46] Roy. J. F. et al, Alumina microstructural behavior under pressurless sintering and hot-pressing, J. Eu. Ceram. Soc, Vol.11, pp 325-333, (1993).
- [47] Peelen. J, Transparent Hot-Pressed Alumina I: Hot Pressing of Alumina, Ceramurgia International, Vol.5, No.2, pp 70-75, (1979).
- [48] Peelen. J, Transparent Hot-Pressed Alumina II: Transparent Versus Translucent Alumina, Ceramurgia International, Vol.5, No.3, pp 115-119, (1979).