

تأثیر فرآیند سینتر کردن دو مرحله‌ای بر ریزساختار

سرامیک‌ها

سید سعید میرزایی، اسماعیل صلاحی، تورج عبادزاده

پژوهشکده سرامیک، پژوهشگاه مواد و انرژی

mirzaee@merc.ac.ir

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

کلمات کلیدی: سینتر دو مرحله‌ای، ریزساختار.

۱- مقدمه

یکی از مشکلات عمده در فرایند سینتر سرامیک‌ها، رشد افراطی دانه در طی این فرایند می‌باشد. بنابراین جلوگیری از رشد دانه در هنگام فرایند سینتر یکی از مهم‌ترین تلاش‌های مهندسان مواد است. این کار دارای دو دلیل عمده می‌باشد. اول، بسیاری از خواص مهندسی سرامیک‌ها به اندازه دانه بستگی دارد، بنابراین دستیابی به خواص مورد نظر به‌طور مستقیم به کنترل رشد دانه وابسته است. دوم، رشد دانه فواصل نفوذ برای انتقال ماده را افزایش می‌دهد و منجر به کاهش سرعت تراکم می‌شود، بنابراین کنترل رشد دانه نقش مهمی در دستیابی به تراکم بالای مورد نظر بازی می‌کند. برای جلوگیری از رشد افراطی دانه راه حل‌های زیادی پیشنهاد شده است:

۱- سینتر همراه با افزودنی: در این روش مقداری ماده‌ی افزودنی جهت جلوگیری از رشد دانه توسط سازکار زهر به سیستم افزوده می‌شود که این مقدار افزودنی بر روی خواص سرامیک (به‌ویژه در دمای بالا) تأثیر نامطلوبی دارد.

۲- فرایند سینتر کردن همراه با اعمال فشار خارجی: از جمله می‌توان به پرس گرم و پرس ایزواستاتیک گرم اشاره کرد. این روش‌ها برخلاف نداشتن مشکلات بالا، به دلیل هزینه‌ی بالای فرایند و در دسترس نبودن امکانات انجام فرایند چندان مقرون به صرفه نیست.

۳- کنترل اتمسفر در هنگام فرایند سینتر کردن: این روش نیز به دلیل ایجاد ناخالصی و همچنین نیاز به کوره‌ی اتمسفر کنترل پیشنهاد نمی‌شود.

۴- پخت سریع: این روش مبتنی بر ایجاد دمای بالا در زمان کوتاه می‌باشد. از روش‌هایی که در این سیستم طبقه بندی می‌شود می‌توان به سینتر ماکروویو^۱ و جرقه‌ی پلاسما^۲ اشاره کرد. که عدم کنترل کافی روی فرایند و هزینه‌ی بالای آن باعث عدم استقبال در سرامیک‌ها می‌باشد [۱ و ۲].

¹ Microwave Sintering

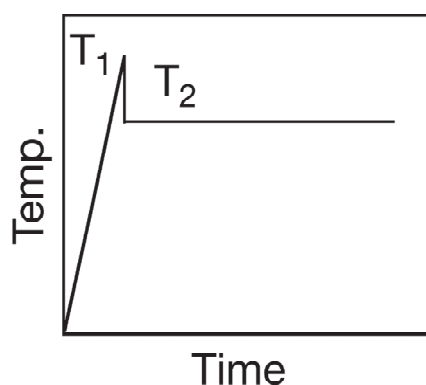
² Spark Plasma Sintering



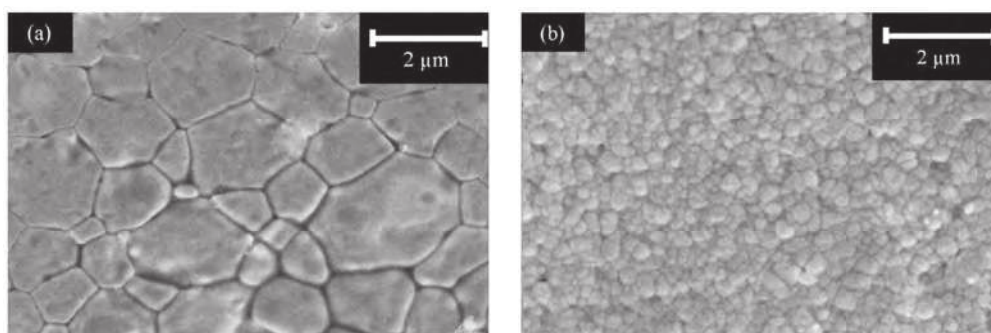
۵- سینتر دو مرحله‌ای: امروزه روش جدیدی به نام سینتر کردن دو مرحله‌ای برای جلوگیری از رشد دانه و رسیدن به تراکم بالا در سرامیک‌ها ابداع شده است که در ادامه به توصیف و بررسی شرایط آن پرداخته خواهد شد.

۲- تئوری سینتر دو مرحله‌ای

یکی از روش‌های جدید کاهش رشد دانه و افزایش چگالی سرامیک‌ها فرایند سینتر دو مرحله‌ای است. در این روش پس از سینتر اولیه تا رسیدن به چگالی بحرانی، دمای کوره را به دمایی کمتر از دمای اولیه سینتر کاهش داده و نمونه تا مدت زمان کافی در این دما نگه داشته می‌شود تا به چگالی نهایی بدون رشد دانه برسد (شکل ۱). افزایش چگالی بدون رشد دانه ناشی از متوقف شدن سازکار مهاجرت مرزدانه است و افزایش تراکم از طریق نفوذ مرزدانه انجام می‌گیرد. اندازه دانه وقتی که چگالی از چگالی خام به چگالی بحرانی می‌رسد تقریباً ۴-۵ برابر می‌شود این افزایش دانه به دمای سینتر، افزودنی‌ها و اندازه پودر اولیه بستگی ندارد و با این فرض که در مرحله دوم سینتر، رشد دانه وجود نداشته باشد، اندازه دانه‌ها تقریباً همان ۴-۵ برابر باقی می‌ماند. پس لازم است برای بدست آوردن بدنه‌های سرامیکی با اندازه دانه کمتر ۱۰۰ نانومتر از پودرهایی با اندازه کمتر از ۲۰ نانومتر استفاده شود [۵ و ۴]. در شکل ۲ نمونه‌ای از این فرایند در سرامیک‌های آپاتیتی آورده شده است.



شکل ۱- نمودار سینتر دو مرحله‌ای [۵]



شکل ۲- تاثیر فرایند سینتر دو مرحله‌ای بر ریزساختار و اندازه دانه‌ی هیدروکسی آپاتیت (a) سینتر معمولی در دمای ۱۱۰۰°C به مدت ۶۰ ثانیه (b) سینتر دو مرحله‌ای $T_1=900^{\circ}\text{C}$ و $T_2=800^{\circ}\text{C}$ به مدت ۲۰ ساعت [۶]

۳- سینتیک تراکم دو مرحله‌ای

سینتیک فرایند سینتر دو مرحله‌ای تحت عنوان "پنجره سینتیکی"^۱ توسط چن و وانگ [۷] ارائه شده است.

¹ Kinetic Window

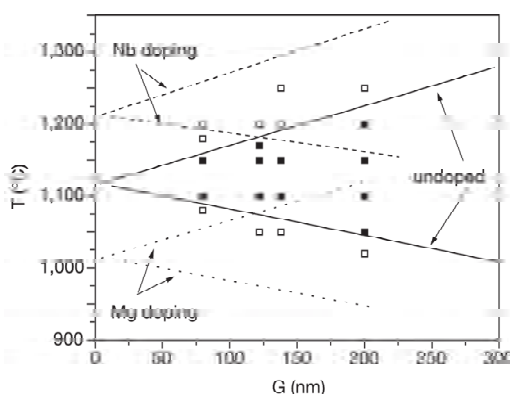


نمودار تاثیر دمای سینتر (T_2) و اندازه دانه در شکل ۳ مشاهده می‌شود. در این شکل سه قسمت قابل تمایز است:

۱- نقاطی که بین دو خط به‌طور توپر نمایش داده شده است، در این منطقه رشد دانه در مرحله دوم سینتر مشاهده نمی‌شود و تراکم به‌صورت کامل انجام می‌شود.

۲- محدوده‌ی زیر خط پایینی: در این منطقه نیز رشد دانه مشاهده نمی‌شود اما تراکم هم کامل انجام نمی‌شود.

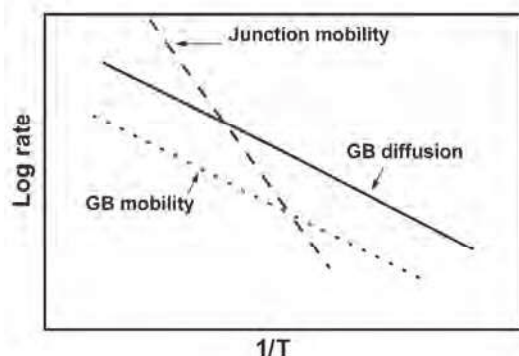
۳- بالای خط فوقانی: در این منطقه انجام تراکم همراه با رشد دانه است (مشابه سینتر معمولی). محدوده‌ی مناسب از لحاظ سینتیکی برای رسیدن به چگالی بالا بدون رشد دانه، محدوده‌ی بین دو خط است. در شکل ۳ این محدوده برای ایتريای خالص و حاوی افزودنی‌ها رسم شده است. محدوده‌ی خط پایینی، مرزی برای دمای سینتر در نظر می‌گیرد که در دماهای کمتر از آن تراکم کاهش یافته است و به چگالی کامل نمی‌رسد. زیرا با انجام نفوذ توسط اتم‌ها، مسیرهای نفوذ پر و مسدود شده و ایجاد مسیرهای جدید نیاز به نیروی محرکه‌ی زیادی دارد و باعث می‌شود در دمای کمتر از حد پایین دما، تراکم متوقف شود. با ریزتر شدن دانه‌ها، به‌علت کاهش حجم شبکه، انرژی لازم برای ایجاد عیوب بیشتر می‌شود، به‌طور مثال یک نابجایی پیچی که مسیرهای نفوذ را فراهم می‌کند، در دانه‌های ریزتر به مراتب سخت‌تر تشکیل می‌شود و انرژی بالاتری نیاز دارد، و می‌توان گفت دمای بالاتری برای ادامه‌ی فرایند تراکم در دانه‌های ریزتر لازم است؛ این خود بیانگر منفی بودن شیب خط پایینی است. با توجه به مطلب بالا باید توجه کرد که محدوده‌ی دمای بالاتری برای ادامه تراکم در مورد دانه‌های ریزتر نیاز است. مرز بالایی شرایط مناسب سینتر دو مرحله‌ای دارای شیب مثبت است. این خط می‌تواند بیانگر حد بالایی دما باشد به‌طوری‌که در دمای بالاتر از آن شرایط حرکت مرزدانه فراهم است و رشد دانه اتفاق می‌افتد. تغییرات مثبت دما در مرحله‌ی دوم با اندازه دانه ناشی از کاهش مرزدانه با افزایش اندازه دانه است. بنابراین برای دانه‌های درشت‌تر، دمای بالاتری برای شروع رشد دانه‌ها لازم است. حد بالایی دما به نحوی بیانگر مرز سینتر معمولی و سینتر دو مرحله‌ای بدون رشد دانه است. در نهایت در این فرایند باید به‌دنبال سازکاری بود که فرایند سینتر دو مرحله‌ای را توجیه کند، سازکاری که نیارمند نفوذ مرزدانه‌ای است، درحالی‌که مانع از مهاجرت مرزدانه‌ها شده است، همچنین این سازکار بایستی به ترکیب شیمیایی نیز وابسته نباشد. همچنین حضور افزودنی‌ها باعث جابجایی پنجره سینتیکی می‌شود [۴].



شکل ۳- پنجره سینتیکی برای رسیدن به تراکم کامل بدون رشد دانه. نقاط توپر شرایط دما و اندازه دانه مربوط به مرحله دوم سینتر ایتريای خالص می‌باشد. نقاط توخالی خارج از مرز بالایی، شرایط رشد دانه در مرحله دوم سینتر و نقاط توخالی زیر مرز پایینی شرایطی که تراکم کامل در مرحله دوم سینتر اتفاق نمی‌افتد را نشان می‌دهند. مرزهای مشابه برای ایتريای دوپ شده با ۱٪ نیوبیوم (خط چین) و با ۱٪ منیزیم (نقطه چین) نشان داده شده است [۴]

انرژی فعال‌سازی زیاد مهاجرت مرزدانه‌ها در دمای پایین سبب توقف حرکت مرزدانه‌ها می‌شود. درحالی‌که نفوذ مرزدانه‌ای همچنان فعال است. محققان نشان داده‌اند که حرکت مرزدانه‌ها در دمای پایین چندین مرتبه

افت می‌کند که علت آن حرکت نکردن و ثابت شدن محل اتصال دانه‌هاست. در دمای بالا نفوذ از طریق مرزدانه بالا است و محل اتصال دانه‌ها تأثیری بر حرکت مرزدانه‌ها ندارند، بنابراین دانه‌ها رشد می‌کنند و تراکم نیز رخ می‌دهد ولی در دمای پایین کنترل کننده سینتیک رشد دانه‌ها، تحرک پذیری اتصالات دانه است؛ این مسئله به‌طور نمایشی در شکل ۴ نشان داده شده است [۸]. بنابراین می‌توان گفت که مشاهده‌ی رشد دانه در یک ماده پس‌بلور تابعی از سازکاری است که حداقل سرعت را دارد. این سازکار در دمای بالا توانایی حرکت مرزها و در دمای پایین حرکت محل اتصال دانه‌ها است.

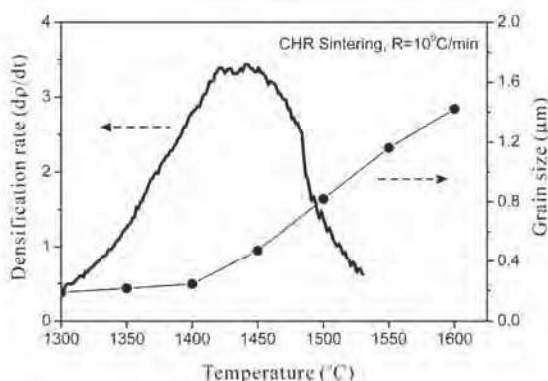


شکل ۴- رابطه آرنیوسی تحرک مرزدانه بدون مانع (GB Mobility)، نفوذ مرزدانه‌ای، تحرک مرزدانه به همراه نقاط سه‌گانه (junction mobility) [۸]

اساس طراحی سینتر دو مرحله‌ای بر استدلال بالا استوار است. اما سوالی که مطرح می‌شود این است که لزوم انجام مرحله اول حرارت‌دهی چیست و چرا از ابتدا در دمای پایین سینتر انجام نمی‌شود؟ پاسخ به این سوال با توجه به این نکته قابل توجیه است که انقباض تخلخل‌ها در مرحله دوم به این علت رخ می‌دهد که در مرحله اول حفرات فوق بحرانی^۱ حذف شده و سایر حفرات به اندازه‌ای کوچک می‌شوند که به لحاظ ترمودینامیکی ناپایدار می‌شوند و همچنین چگالی به حدی رسیده که انرژی لازم برای ادامه‌ی تراکم در دمای پایین فراهم است.

۴- معیار تعیین درجه حرارت سینتر

با توجه به مطالعات چن و وانگ [۷ و ۴]، موفقیت فرایند سینتر دو مرحله‌ای شدیداً به انتخاب دماهای T_1 و T_2 بستگی دارد. برای تعیین این دماها، یک نمونه به درجه حرارت بالا (T_1) به‌منظور دستیابی به چگالی بالاتر از ۷۵٪ حرارت داده می‌شود (دمایی که در آن تمام حفرات موجود در نمونه ناپایدار و قابل جمع شدن هستند). با این حال، دیگر محققان T_1 را دمای رسیدن به چگالی سینتر حدود ۹۲٪، که در آن حفرات از حالت باز به وضعیت بسته تغییر کرده و ممکن است موجب پیدایش رشد دانه شود، در نظر گرفته‌اند [۹ و ۱۰].



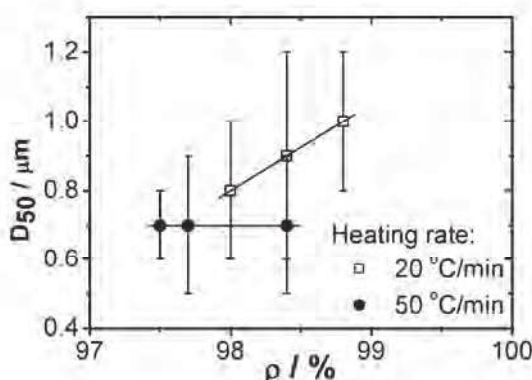
شکل ۵- تفاوت سرعت تراکم و اندازه دانه در سینتر با سرعت حرارت‌دهی ثابت برای نمونه‌ی آلومینا و ۵٪ زیرکونیا [۳]

^۱ Supercritical

تعیین درجه حرارت T_1 با توجه به تحول سرعت تراکم (dp/dt) و رشد دانه برحسب دما در طول فرایند سینتر با سرعت حرارت دهی ثابت^۱ انجام می‌شود. به‌عنوان مثال در نمونه‌ی آلومینایی با ۵٪ زیرکونیا، همان‌طور که در شکل ۵ نشان داده شده است، نمودار نشان می‌دهد که سرعت تراکم با درجه حرارت سینتر در محدوده‌ی $1450-1400^\circ\text{C}$ افزایش می‌یابد و سپس در محدوده‌ی $1450-1400^\circ\text{C}$ به سرعت کاهش می‌یابد. بر اساس مدل سینتر هنس و همکاران [۱۱]، کاهش یافتن سرعت تراکم مربوط به مرحله نهایی فرایند سینتر و یا درشت شدن اندازه دانه است. در این مورد، رشد دانه هنگامی که درجه حرارت سینتر 1400°C است آشکارا مشاهده شده که مربوط به کاهش سرعت تراکم می‌باشد. از آنجا که رشد دانه، فاصله‌ی نفوذ را افزایش می‌دهد و موجب دشوار شدن فرایند سینتر می‌شود، وضعیت نمونه پس از مرحله‌ی اول سینتر به شدت روی مرحله‌ی دوم تاثیر می‌گذارد، بنابراین بایستی از رشد دانه‌ی حاصل از حرارت دادن بیش از حد اجتناب ورزید. بر این اساس، درجه حرارت مناسب T_1 در محدوده‌ی $1450-1400^\circ\text{C}$ تنظیم می‌شود که در آن سرعت تراکم بالاترین مقدار را در سینتر با سرعت حرارت دهی ثابت نشان می‌دهد و چگالی نسبی متناظر با آن ۷۲-۸۸٪ است. به‌منظور تعیین درجه حرارت T_2 برای مرحله دوم فرایند سینتر، تحقیقات نشان می‌دهد که آن را باید در محدوده‌ی "پنجره سینتیکی" در نظر گرفت، که در آن نفوذ مرزدانه و یا نفوذ حجمی در حالی که حرکت مرزدانه متوقف شده عمل می‌کند. قابل ذکر است که انتخاب دمای T_2 بسیار مهم است زیرا در صورتی که T_2 بیش از حد بالا باشد ممکن است دوباره رشد دانه انجام شود، همچنین تراکم نیز با توجه به فواصل نفوذ اتمی کاهش یافته و در نتیجه منجر به تراکم ناقص می‌شود.

۵- اثر سرعت گرمایش

بررسی‌های به‌عمل آمده نشان می‌دهد که افزایش سرعت گرمایش منجر به کاهش چگالی و اندازه دانه می‌شود که به دلیل کاهش زمان در دسترس سیستم در دمایی که تراکم و رشد دانه رخ می‌دهد، می‌باشد (همان‌طور که در شکل ۶ نشان داده شده است). مطالعات بودیسوا و همکاران [۱۰] نشان می‌دهد که حرارت دادن نمونه‌ها تا دمای 1400°C با سرعت‌های ۲۰ و ۵۰ درجه بر دقیقه بدون زمان نگهداری، به ترتیب چگالی‌های نسبی ۹۵٪ و ۹۳٫۱٪ و اندازه دانه‌های 0.4 ± 0.1 و 0.3 ± 0.1 میکرومتر را نشان می‌دهد [۱۰].



شکل ۶- منحنی سینتر دو مرحله‌ای آلومینا با سرعت‌های گرمایش متفاوت [۱۰]

۶- اثر دماهای اولیه و ثانویه و زمان نگهداری در مرحله دوم

افزایش دمای T_1 و T_2 و زمان نگهداری^۲ منجر به افزایش چگالی نسبی و اندازه دانه می‌شود. همان‌طور که نتایج مطالعات وانگ و همکاران در جدول ۱ نشان داده شده است، تغییرات دماها و زمان نگهداری فرضیه‌ی

^۱ Constant Heating Rate Sintering

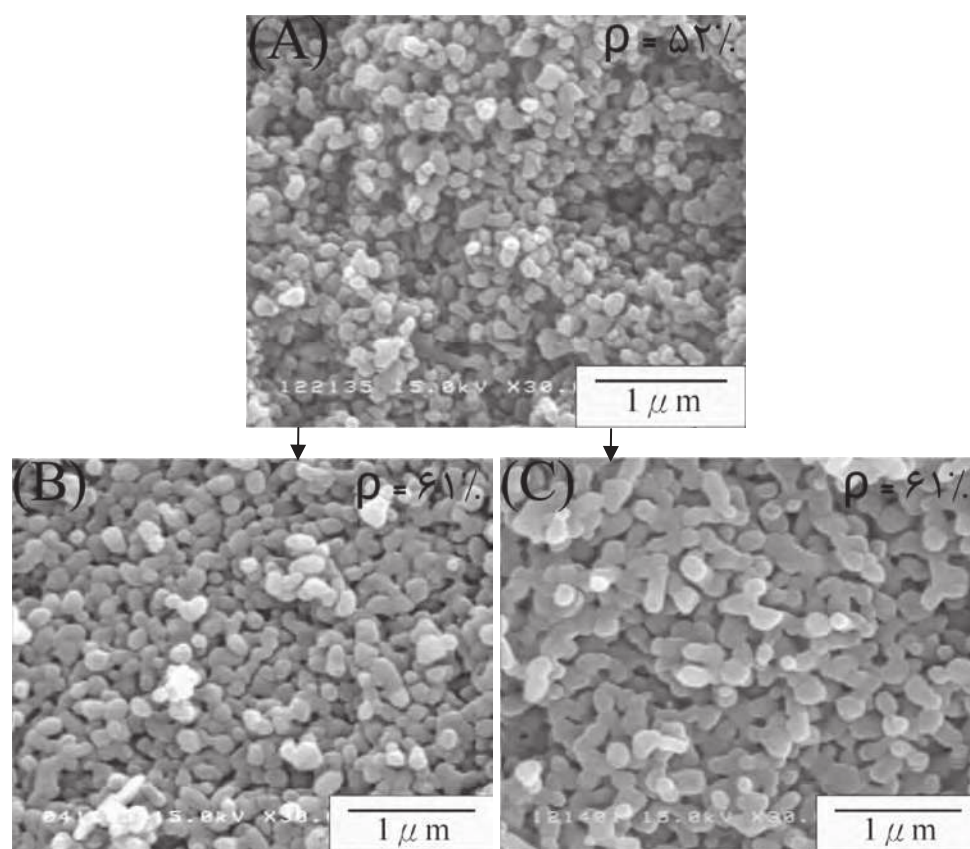
^۲ Holding Time

فوق را اثبات می‌کند. در شکل ۷ نیز نمونه‌ای از تاثیر دما و زمان نگهداری بر اندازه دانه با چگالی یکسان را نشان می‌دهد [۷].

جدول ۱- چگالی و اندازه دانه‌ی نمونه‌های آلومینای سینتر شده

تحت پارامترهای مختلف فرایند سینتر دو مرحله‌ای [۳]

اندازه دانه (میکرومتر)	چگالی نسبی (%)	زمان نگهداری (ساعت)	T ₂ (°C)	T ₁ (°C)
۰/۳۸	۹۲/۱	۴	۱۳۵۰	۱۴۰۰
۰/۴۴	۹۵/۰	۸		
۰/۴۹	۹۶/۶	۱۲		
۰/۴۲	۹۳/۲	۴	۱۳۵۰	۱۴۲۵
۰/۴۸	۹۶/۴	۸		
۰/۵۳	۹۸/۰	۱۲		
۰/۴۹	۹۴/۰	۴	۱۳۵۰	۱۴۵۰
۰/۵۵	۹۷/۵	۸		
۰/۶۲	۹۹/۲	۱۲		
۰/۶۹	۹۷/۳	۴	۱۴۰۰	۱۴۵۰
۰/۸۸	۹۹/۴	۸		

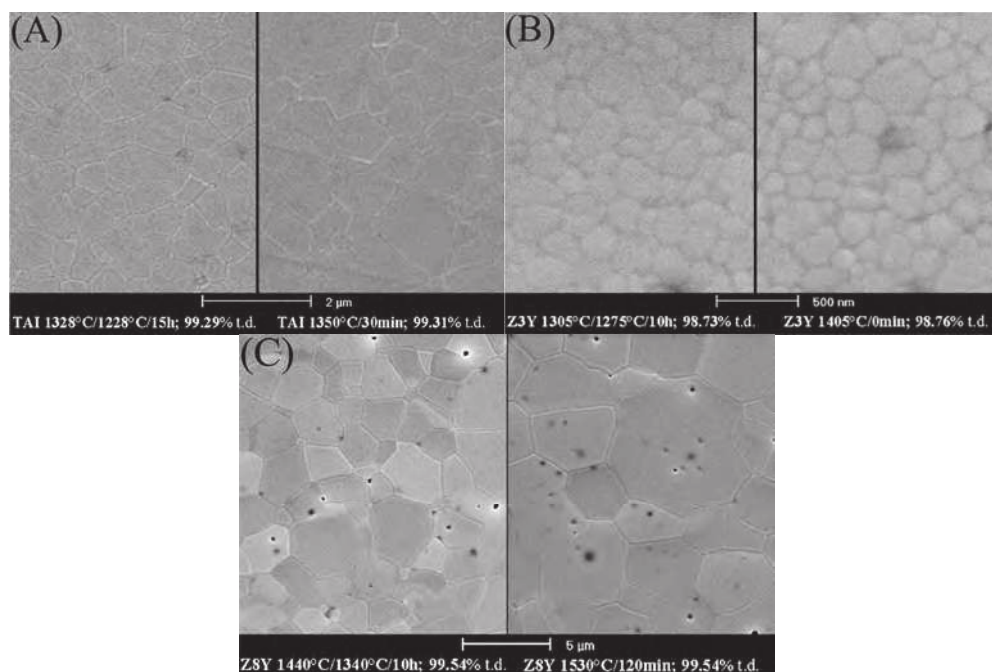


شکل ۷- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌های سینتر شده (a) ۱۲۵۰°C/۴h (b) ۱۳۵۰°C/۴h (c) ۱۲۵۰°C/۴h. چگالی مربوط به هر نمونه در روی تصویر آورده شده است [۳]

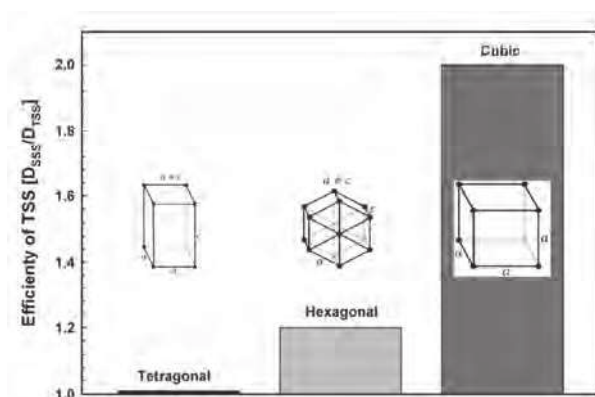
۷- اثر ساختار بلورین

تاثیر فرایند سینتر دو مرحله‌ای روی اکسیدهای سرامیکی مختلف بیش از اندازه دانه و ریزساختار، به ساختار بلورین آن‌ها وابسته است. براساس مطالعات ماکا و همکاران مشاهده می‌شود که فرایند سینتر دو مرحله‌ای

بر روی سرامیک‌هایی با ساختارهای متقارن‌تر تاثیر بیشتری دارد. به‌عنوان مثال بر روی ساختارهای مکعبی نسبت به هگزاگونال و هگزاگونال نسبت به تتراگونال، تاثیر بیشتری دارد. همان‌طور که در تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گرفته شده از چند ماده با ساختارهای متفاوت مشاهده می‌شود که فرایند سینتر دو مرحله‌ای اثر قابل توجهی در کاهش اندازه دانه ایتريا ۸٪ مولى زیرکونیا (کاهش اندازه دانه با ضریب ۲) داشته، برای آلومینا تنها اثر ناچیزی مشاهده شده (کاهش اندازه دانه با ضریب ۱/۲) و برای ایتريا ۳٪ مولى زیرکونیا اصلا مشاهده نشده است، که به‌ترتیب دارای ساختارهای مکعبی، هگزاگونال و تتراگونال می‌باشند (همان‌طور که در شکل‌های ۸ و ۹ مشاهده می‌شود) [۱۴].



شکل ۸- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های سینتر شده به‌روش معمولی و دو مرحله‌ای (a) آلومینا (b) ایتريا ۳٪ مولى زیرکونیا (c) ایتريا ۸٪ مولى زیرکونیا [۱۳]

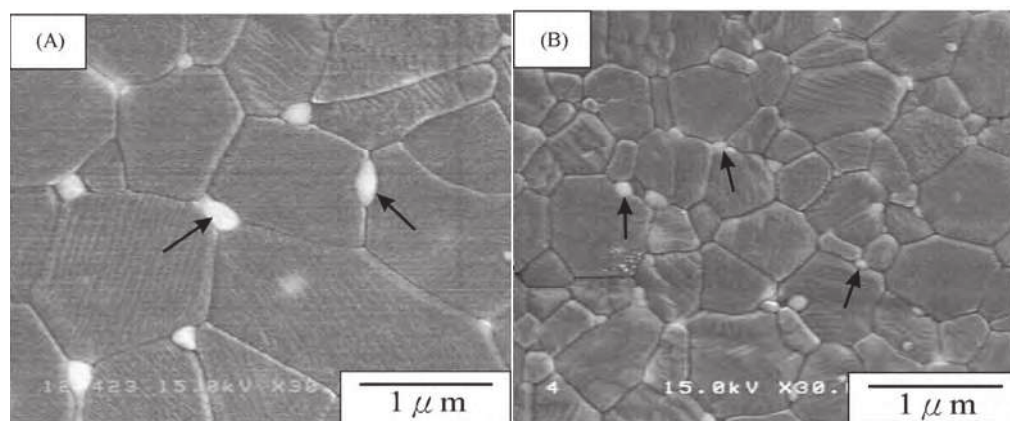


شکل ۹- نسبت اندازه دانه‌ی به‌دست آمده از روش سینتر دو مرحله‌ای به سینتر معمولی در سرامیک‌هایی با ساختار متفاوت [۱۳]

۸- اثر ذرات فاز دوم

وجود ذرات فاز دوم نقش مهمی در تعیین T_1 و T_2 و همچنین تحول ریزساختار بازی می‌کند. به‌عنوان مثال بودیسوا و همکاران [۱۰] برای پودر خالص آلومینا با اندازه ذرات ۰/۲-۰/۱۵ میکرومتر، دمای مطلوب T_1 را در محدوده‌ی ۱۴۵۰-۱۴۰۰ °C و T_2 را ۱۱۵۰ °C پیشنهاد کرده است. با افزودن ۵٪ زیرکونیا درجه حرارت T_2 به

گستره 1350°C - 1300°C [۳] افزایش می‌یابد که این درجه حرارت نسبتاً بالای مورد استفاده به دلیل اثر زیرکونیا می‌باشد. نشان داده شده که زیرکونیا انرژی فعال‌سازی تراکم آلومینا را افزایش می‌دهد [۱۲ و ۱۱] که شامل رخ دادن نفوذ سطحی در درجه حرارت بالای 1250°C می‌باشد. علاوه بر این، اثر زیرکونیا در تحول ریزساختار از طریق مشاهده رفتار رشد دانه در طول مرحله دوم فرایند سینتر مشخص شده است. برای آلومینای خالص، رشد دانه نمی‌تواند به طور کامل متوقف شده و مقداری افزایش از $0/38$ به $0/90$ میکرومتر در درجه حرارت پایین T_2 (1150°C) نشان داده می‌شود [۱۰]. در پودر آلومینا با 5% زیرکونیا، رشد دانه کمتر و از $0/47$ به $0/62$ میکرومتر مشاهده شده است. حتی اگر T_2 بالاتر (1350°C) باشد، روند ممانعت کنندگی به دلیل اثر میخ‌کوب کنندگی^۱ مربوط به موقعیت ذرات ریز زیرکونیا (حدود 100 نانومتر) در مرزهای دانه یا تقاطع سه گانه آلومینا می‌باشد (شکل ۱۰). بدین معنی که یک نیروی قوی میخ‌کوب کنندگی در مرزهای دانه در هنگام دوره طولانی سینتر همدماً^۲ در مرحله دوم عمل می‌کند. به طور قطعی، زیرکونیا موجب تغییر مکان "پنجره سینتیکی" به درجه حرارت‌های بالاتر و اصلاح روابط بین اندازه دانه و تراکم در مقایسه با آلومینای خالص می‌شود. مثالی از یک سیستم آلومینایی در جدول (۱) مشاهده می‌شود.



شکل ۱۰- ریزساختار آلومینای کاملاً متراکم تهیه شده از (A) سینتر با سرعت حرارت دهی ثابت ($1600^{\circ}\text{C}/0\text{h}$) و (B) سینتر دو مرحله‌ای ($T_1=1450^{\circ}\text{C}/12\text{h}$, $T_2=1350^{\circ}\text{C}/12\text{h}$). داده‌های روشن که با فلش مشخص شده فاز زیرکونیا می‌باشد [۳].

۹- نتایج

- با فرایند سینتر کردن دو مرحله‌ای می‌توان یک سرامیک با چگالی بالا (بیش از 99%) با اندازه ذرات ریز به دست آورد که دارای نسبت رشد (اندازه ذرات اولیه/اندازه نهایی دانه) کمتری می‌باشد.
- برای تعیین دمای T_1 برای مرحله اول فرایند سینتر باید بهینه‌ی سرعت تراکم در هنگام سینتر با سرعت حرارت‌دهی ثابت را در نظر گرفت.
- برای انتخاب T_2 ، باید اثر نفوذ سطحی در نظر گرفته شود به طوری که در آن تراکم بدون اثر آشکار نفوذ سطحی باشد.
- فرایند سینتر دو مرحله‌ای به شدت به تقارن ساختار بلورین وابسته است. به عنوان مثال در سرامیک‌های با ساختار مکعبی بیشترین تاثیر را دارد.
- افزودن ذرات فاز دوم به دلیل ایجاد فرایند میخ‌کوب کردن، انرژی فعال‌سازی تراکم را افزایش می‌دهد بنابراین دمای رشد دانه را افزایش می‌یابد و برای رسیدن به چگالی مورد نظر می‌بایست دمای ثانویه را افزایش داد.

¹ Pinning Effect

² Isothermal Sintering

1. Rahaman. M N., "Ceramic Processing And Sintering", Marcel Dekker, New York 1995.
2. Suk-Joong L. Kang, "Sintering: Densification, Grain Growth & Microstructure", Elsevier Butterworth-Heinemann, 2005.
3. Wang. C. J., Huang. C. Y., Wu. Y. C., "Two-step Sintering of Fine Alumina-Zirconia Ceramics", Ceramics International, 2009, 35 (4), 1467-1472.
4. Chen. I. W., Wang. X. H., "Sintering Dense Nanocrystalline Ceramics without Final-Stage Grain Growth", NATURE, 2000, 404, 168-171.
5. Binner. J., Vaidhyanathan. B., "Processing of Bulk Nanostructured Ceramics", Journal of the European Ceramic Society, 2008, 28 (7), 1329-1339.
6. Mazaheri. M, Haghighatzadeh. M, Zahedi. A. M, Sadmezhaad. S. K., "Effect of a Novel Sintering Process on Mechanical Properties of Hydroxyapatite Ceramics", Journal of Alloys and Compounds, 2009, 471 (1-2), 180-184.
7. Wang. X. H., Chen. P. L., Chen. I. W., "Two Step Sintering of Ceramics with Constant Grain Size, $\text{I. Y}_2\text{O}_3$ ", J. Am. Ceram. Soc., 2006, 89 (2), 431-437.
8. Zubayko. U. C., Sursaeva. V. G., Gottstein. G., "Influence of Triple Junction on Grain Boundary Motion", Acta mater, 1998, 46 (16), 5863-5871.
9. Polotai. A., Breece. K., Dickey. E., Randall. C., Ragulya. A., "A Novel Approach to Sintering Nanocrystalline Barium Titanate Ceramics", J. Am. Ceram. Soc., 2005, 88 (11), 3008-3012.
10. Bodisova. K., ajgalik. P. S., Galusek. D., vancarek. P. S., "Two-stage Sintering of Alumina with Submicrometer Grain Size", J. Am. Ceram. Soc., 2007, 90 (1), 330-332.
11. Hansen. J. D., Rusin. R. P., Teng. M. H., Johnson. D. L., "Combined Stage Sintering Model", J. Am. Ceram. Soc., 1992, 75 (5), 1129-1135.
12. Lange. F. F., Hirlinger. M. M., "Hindrance of Grain Growth in Al_2O_3 by ZrO_2 Inclusions", J. Am. Ceram. Soc., 1984, 67 (3), 164-168.
13. Raj. R., Wang. J., "Activation Energy for The Sintering of Two-phase Alumina Zirconia Ceramics", J. Am. Ceram. Soc., 1991, 74 (8), 1959-1963.
14. Maca. K., Pouchly. V., Zalud. P., "Two-Step Sintering of oxide ceramics with various crystal structures", Journal of the European Ceramic Society, 2010, 30 (2), 583-589.