

Yalsarat@hosain128@yahoo.com

مهندس حسین زارعی،  
نویسنده‌ی اول مقاله، دانشگاه  
صنعتی مالک اشتر

## مروری بر اثر سینتر دومرحله‌ای بر ریزساختار و خواص مکانیکی کاربید سیلیسیم

حسین زارعی<sup>۱\*</sup>، حمیدرضا بهاروندی<sup>۱</sup>، محسن زارعی<sup>۲</sup>

<sup>۱</sup> مرکز تحقیقات، مجتمع مواد و فناوری‌های ساخت، کامپوزیت دانشگاه صنعتی مالک اشتر  
<sup>۲</sup> گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی مهندسی، دانشگاه شهید باهنر کرمان

**چکیده:** مواد سرامیکی با چگالی زیاد و ساختارهای دانه‌بندی ریز به جهت ارتقاء چشمگیر خواص آن‌ها برای کاربردهای با عملکرد بالا بسیار مورد توجه هستند. راهکارهای زیادی برای اصلاح ریزساختار با تغییر دادن ترکیب و یا فرآوری کردن تحقیق شده است. در بین این راهکارها، چگال‌سازی مواد سرامیکی به‌وسیله‌ی کنترل منحنی سینتر یک روش پالایش ریزساختار مرسوم به صرفه، ساده و مؤثر است که از جمله آن‌ها فرآیندهای عملیات گرمایی متفاوتی همچون سینتر جرقه‌ای پلاسما (SPS)، سینتر دومرحله‌ای (TSS) و اشکال ریزساختاری کنترل همچون کنترل شرایط سینتر برای به دست آوردن مواد نانو ساختار را می‌توان برشمرد. در این میان سینتر دومرحله‌ای (TSS) یک روش امید بخش برای دست‌یابی به بدنه‌های با چگالی بالا و اندازه‌های دانه‌ی کوچک‌تر است که در سالیان اخیر به صورت گسترده مود استفاده قرار گرفته است. سینتر دو مرحله‌ای به دو روش TSS-C و TSS-CW انجام می‌پذیرد که در این بین روش TSS-CW به صورت وسیع‌تری مورد مود اقبال واقع شده است. در این تحقیق تأثیر زینتر دومرحله‌ای بر ریزساختار و خواص مکانیکی مواد سرامیکی مورد بررسی قرار خواهد گرفت.

**کلمات کلیدی:** سینتر دومرحله‌ای، کاربیدسیلیسیم، Two Step Sintering.

### ۱- مقدمه

خواص پلی کریستالین سرامیک‌ها بوسیله ریزساختار کنترل می‌شود. چگالی، اندازه دانه و وجود غیر همگنی‌ها در ریزساختار به جهت ارتقاء خواص و قابلیت اعتماد به دقت کنترل می‌شود. سرامیک‌های با چگالی بالا با اندازه دانه نانومتری و زیرمیکرومتری در طی زینتر مرسوم سخت به دست می‌آیند [۱].

اگرچه بعضی راه‌های تولید برای ساخت این سرامیک‌ها در دسترس است شامل فرآیند پودر کلوئیدی<sup>۱</sup> با کنترل توزیع اندازه‌های ذرات، استفاده از افزودنی‌های سینتر، سینتر با کمک فشار، سینتر جرقه‌ای پلاسما (SPS) و سینتر جریان الکتریکی پالسی<sup>۲</sup>. این روش‌های سینتر برای هر ماده‌ای به علت ابزارآلات پیچیده، گران و پیاده‌سازی سخت صرفه اقتصادی ندارند.

سینتر حالت جامد نیازمند دماهای نسبتاً بالا با تسهیل نفوذ و در طی مکانیزم‌های متفاوت چگالش ماده را ارتقا می‌دهد. اگرچه نفوذ جوهره‌ی مکانیزم انتقال است که فقط چگالش را ارتقا نمی‌دهد بلکه رشد دانه را هم افزایش می‌دهد؛ بنابراین شرایط سینتر اجازه می‌دهد که چگالش بدون رشد دانه محرک همزمان رخ دهد برای پالایش ریزساختار مناسب هستند. این جدایی بین چگالش و رشد دانه اجازه می‌دهد سرامیک‌های با چگالی بالا و دانه‌های نانومتری تولید شود [۱].

یک فرآیند برجسته برای دستکاری ریزساختار حین مرحله اول سینتر، سینتر کردن با آهنگ کنترل شده یا به اختصار RCS<sup>۳</sup> است که اولین بار در سال ۱۹۶۵ میلادی گزارش شده است [۱]. چندین مطالعه حول این موضوع مهم وجود دارد اگرچه تجهیزات در مدل‌های تجربی و تئوری مرتبط با توسعه و چگالش ریزساختار پیشرفت کرده و ارتقا یافته‌اند که امکان پیشرفت در روش RCS را می‌دهند.

<sup>1</sup> Colloidal Powder Processing

<sup>2</sup> PECS

<sup>3</sup> Rate Controlled Sintering

در دهه‌ی ۱۹۹۰، چو و همکاران [۱] روش سینتر دومرحله‌ای را که در این مطالعه TSS-C عنوان شده است را معرفی نمودند. طبق این روش مرحله اول (پیش عملیات) در یک دمای نسبتاً پایین انجام می‌شود و سپس به‌وسیله‌ی یک مرحله با دمای بالاتر و سردسازی بعدی پیگیری می‌شود. فرآیند اجازه اصلاح ریزساختار و بنابراین ارتقای خواص ماده را به ما می‌دهد. بعدها چن و وانگ [۱] یک اصلاح و تغییر در روش سینتر دومرحله‌ای را پیشنهاد دادند. این اصلاح که در مطالعه حاضر تحت عنوان TSS-CW نامبرده می‌شود به طور گسترده مورد استفاده قرار گرفته است. این روش شامل متوقف کردن رشد پرشتاب دانه می‌شود که معمولاً در مرحله نهایی سینتر رخ می‌دهد. حرارت دهی در دمای بالا انجام شد و در ادامه به وسیله‌ی منجمد کردن ساختاری دنبال شد. سردسازی سریع در یک آهنگ ثابت رشد دانه را متوقف می‌سازد اما اجازه می‌دهد تا چگالش صورت پذیرد. این روش ممکن است به صورت موفقیت‌آمیز برای تعداد زیادی از مواد سرامیکی به کار برده شود بنابراین اصلاح ریزساختاری با چگالی بالا را فراهم می‌سازد و چندین خاصیت از مواد را ارتقا می‌بخشد.

سینتر بدون فشار SiC نیازمند افزودن کمک سینترها و دمای سینتر بالا (بیش از  $2100^{\circ}\text{C}$ ) برای دستیابی به دانسیته بالا (۹۵ درصد دانسیته تئوری) است. دمای بالای سینتر عموماً سبب رشد زیاد دانه می‌گردد که می‌تواند باعث افت خواص مکانیکی گردد، سینتر دومرحله‌ای می‌تواند بر این مشکل فائق آید. با این روش دانسیته سینتر شده بالا به همراه ممانعت از رشد دانه در طول مرحله نهایی سینتر به دست می‌آید. سینتر دومرحله‌ای به صورت موفقیت‌آمیز برای سینتر پودرهای کاربید سیلیسیم تجاری مختلف با دو مکانیزم سینتر حالت جامد و فاز مایع به کار برده می‌شود. در هر دو حالت دمای سینتر نزدیک به  $1000^{\circ}\text{C}$  کم‌تر از دمای مورد نیاز برای سینتر رایج است. مزیت‌های اقتصادی TSS برای سینتر در حالت جامد خیلی بیشتر قابل مشاهده است، چون که روش شکست از درون دانه‌ای به مخلوط درون دانه‌ای - برون دانه‌ای<sup>۱</sup> تغییر خواهد کرد.

مطابق متون TSS-CW به ما این اجازه را می‌دهد تا دمای سینتر را از  $50^{\circ}\text{C}$  تا  $2000^{\circ}\text{C}$  نسبت به روش سینتر رایج با یک دانسیته مشابه کاهش دهیم؛ بنابراین اندازه ذره‌های به دست آمده به‌وسیله‌ی روش سینتر رایج ۲-۳ برابر بزرگ‌تر از اندازه ذره به دست آمده با روش TSS-CW و با اثر چشمگیر بر روی خواص مکانیکی آن‌هاست.

## ۲- روش سینتر دومرحله‌ای

در سالیان اخیر سرامیک‌های نانوساختار علاقه‌مندی‌های بسیاری را به خود جذب کرده است زیرا که غالباً خواص چشمگیر و قابل ملاحظه‌ای (قابلیت سینترپذیری، خواص مکانیک یا رفتار سوپرپلاستیک) نسبت به سرامیک‌های مرسوم با ساختارهای دانه‌بندی درشت‌تر دارند. چندین تلاش برای تهیه‌ی سرامیک‌های نانوساختار (با اندازه دانه  $>100\text{nm}$ ) گزارش شده است:

(۱) استفاده از سینتر دو مرحله‌ای که نفوذ مرزدانه‌ای را از رشد دانه جدا می‌کند.

(۲) افزودن ذرات فاز ثانویه یا ثالثیه به یک سرامیک تک فازی یا دوفازی

(۳) به کارگیری فشار بسیار بالا همچون 1GPa

در قیاس با دیگر روش‌ها، این باور حاصل شد که روش سینتر دو مرحله‌ای یک روش کاملاً به صرفه از لحاظ اقتصادی برای تولید سرامیک‌های نانوساختار است. سینتر دومرحله‌ای به دو روش TSS-C و TSS-CW انجام می‌شود که شرح این دو روش به تفصیل در زیر خواهد آمد [۳]:

### ۲-۱- سینتر دومرحله‌ای به روش چو

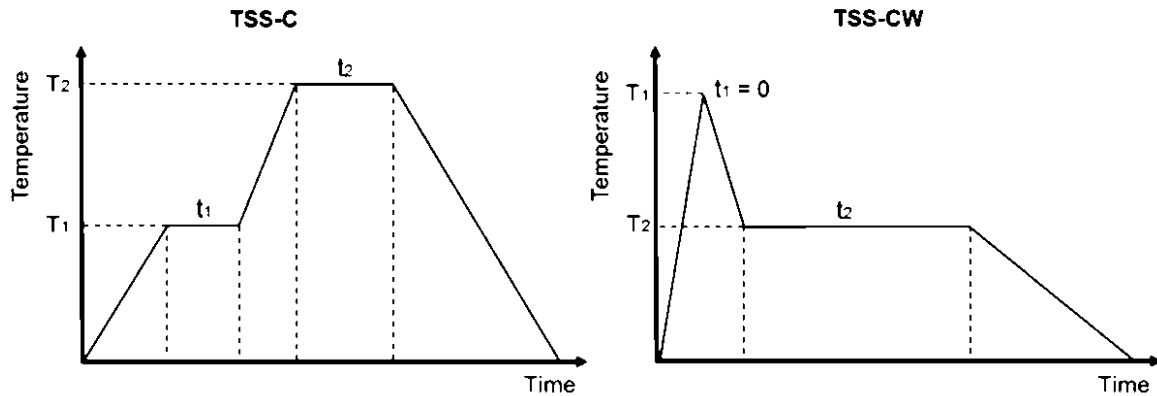
سینتر دومرحله‌ای پیشنهاد شده توسط آقای چو برای مواد سرامیکی مختلف به کار برده شده بود. هوانگ و همکاران [۶] دستیابی به  $\text{Si}_3\text{N}_4$  را با این روش مورد ارزیابی قراردادند و یافتند که چگالش ماده افزایش یافته است اگرچه رشد اندازه دانه در دمای بالاتری در مرحله دوم رخ می‌دهد که این رشد مربوط به بی‌نظمی ساختاری زیاد بود. استفاده از آلومینای با خلوص بالا، با و بدون حضور افزودنی MgO به‌وسیله‌ی به کارگیری پیش عملیات گرمایی ارزیابی شد. استفاده از دماهای کم ( $800^{\circ}\text{C}$ ) و دوره‌های طولانی (ساعت) ریزساختار و چگالش ماده را ارتقا داد [۷]. اثر پیش گرمایش در یک آلومینای کیفیت بالا که مورد ارزیابی قرار

<sup>1</sup> Transgranular-Intergranular

گرفته بود نمایش داده شد. تأخیر مرحله‌ی چگالش آغازین در سطوح دمایی کم، متعلق به حذف ذرات ریزتر مشاهده شد؛ بنابراین این ذرات در سطح اول مشتق چگالش و شکل نواحی چگال تر را در مراحل چگالش آغازین را کاهش داد. ساتو<sup>۱</sup> و کری<sup>۲</sup> اثر پیش گرمایش بر روی دو نوع آلومیناهای با دانه‌بندی بسیار ریز (ذرات زیر میکرونی با قطره‌های حجمی میانگین ۰/۲ میکرون و ۰/۴ میکرون). قبل از زینتر پیش‌گرمایش در ۸۲۰ یا ۹۲۰°C برای ۵۰ ساعت اجرا شد [۸].

## ۲-۲- سینتر دومرحله‌ای به روش چن و وانگ

سینتر دومرحله‌ای پیشنهاد شده به‌وسیله‌ی چن و وانگ (TSS-CW) به طور گسترده مورد استفاده قرار گرفته است زیرا که این روشی است که برای به دست آوردن بدنه‌های سرامیکی با ریزساختارهای کنترل شده استفاده شده است.



شکل ۱- مقایسه‌ای بین منحنی‌های TSS-CW و TSS-C [۱].

## ۳- مروری بر تحقیقات انجام شده

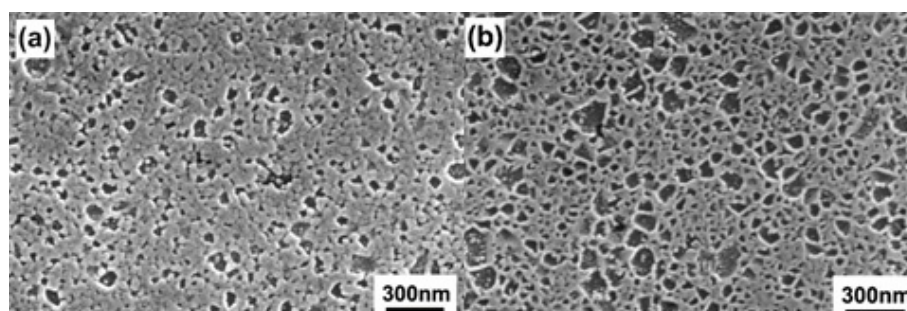
لی<sup>۳</sup> و همکاران [۹] فرآیند سینتر دومرحله‌ای را برای دستیابی به سرامیک‌های نانو ساختار SiC در حضور فاز مایع مورد استفاده و ارزیابی قرار دادند. ترکیب SiC شامل ۷ درصد وزنی آلومینا، ۲ درصد وزنی ایتریا و یک درصد وزنی CaO، با اندازه ذره متوسط ۲۰ نانومتر بود. نمونه‌ها تحت سه روش مختلف سینتر شدند ابتدا به روش سینتر رایج و در دماهای ۱۵۰۰ و ۱۵۵۰°C برای مدت زمان ۸ ساعت و در دمای ۱۷۵۰°C برای مدت ۵ ساعت و ۳۰ دقیقه. دومین برنامه سینتر - که آن را سینتر دمایی صفر نیز می‌نامند - در دماهای ۱۷۰۰، ۱۷۵۰، ۱۸۰۰ و ۱۸۵۰°C بدون هیچ‌گونه زمان نگهداری و توقفی انجام دادند. در انتها و در قالب برنامه سوم TSS-CW با T1 با محدوده دمایی از ۱۶۵۰-۱۷۵۰°C و T2 با محدوده دمایی ۱۵۰۰ یا ۱۵۵۰°C با زمان نگهداری ۸ ساعته انجام شد. از بین برنامه‌های سینتر ارزیابی شده، فرآیند TSS-CW با T1 در ۱۷۵۰°C و T2 در ۱۵۵۰°C برای مدت زمان نگهداری ۸ ساعت بهترین نتایج عددی را نشان داد که نمونه‌هایی با دانسیته نسبی ۹۹ درصد و اندازه دانه ۴۳ نانومتر به دست آمد. به گفته نویسندگان در مرحله دوم سینتر دانسیته‌های نسبی از ۸۵ درصد که ما در مرحله اول در این تحقیق نیاز داشتیم فراتر رفت.

لی و همکاران [۱۰] پارامترهای روش TSS-CW را با استفاده از موادی مشابه ارزیابی کردند: SiC با افزودن Al2O3، Y2O3 و CaO. دوازده مسیر تجربی با دماهای مختلف T1 (بین ۱۵۵۰ تا ۱۷۵۰°C) و T2 (بین ۱۵۵۰ تا ۱۶۰۰°C) و با زمان‌های نگهداری (۰، ۱، ۴ و ۸ ساعت) در مرحله دوم پیموده شد که در جدول زیر به جزئیات آمده است.

<sup>1</sup> Sato  
<sup>2</sup> Carry  
<sup>3</sup> Lee

جدول ۱- برنامه‌های سینتر اختیار شده در این آزمایش

نام نمونه	دمای پیک ( $T_2, ^\circ\text{C}$ )	دمای سینتر ( $T_2, ^\circ\text{C}$ )	زمان نگهداری در $T_2$ (ساعت)
SC1	۱۷۵۰	۱۵۵۰	۰
SC2	۱۷۵۰	۱۵۵۰	۱
SC3	۱۷۵۰	۱۵۵۰	۴
SC4	۱۷۵۰	۱۵۵۰	۸
SC5	۱۷۰۰	۱۵۰۰	۸
SC6	۱۷۰۰	۱۵۵۰	۸
SC7	۱۷۰۰	۱۶۰۰	۸
SC8	۱۶۵۰	۱۵۰۰	۸
SC9	۱۶۵۰	۱۵۵۰	۸
SC10	۱۶۵۰	۱۶۰۰	۸
SC11	۱۶۰۰	۱۵۵۰	۸
SC12	۱۵۵۰	۱۵۵۰	۸



شکل ۲- ریزساختار سرامیک‌های نانوساختار SiC: (a) SC6 و (b) SC7 (رجوع شود به جدول)

شکل ۲ ریزساختار نمونه‌های سینتر شده به روش TSS-CW را نشان می‌دهد. اندازه‌های دانه‌ی SC6 و SC7، به ترتیب ۳۹ و ۶۵ نانومتر بود. توزیع‌های اندازه دانه دو نمونه در سرتاسر نمونه یکنواخت بود.

مگنانی<sup>۱</sup> و همکاران [۱۱] از  $\alpha$ -SiC به عنوان پودر آغاز کننده با کمک سینترهای بور (B) و کربن (C) برای سینتر بدون فشار سرامیک‌های SiC با استفاده از روش TSS-CW مورد استفاده قرار دادند. ابتدا نمونه با استفاده از فشار تک محوری ۶۰ مگاپاسکال و سپس ۲۰۰ مگاپاسکالی CIP فشرده شد سپس تحت بخار آرگون با فشار یک اتمسفر سینتر انجام پذیرفت. در سینتر رایج از دمای  $2200^\circ\text{C}$  و مدت زمان نگهداری یک ساعت استفاده شد در حالی که در TSS-CW از دمای  $2100^\circ\text{C}$  به عنوان  $T_1$  (دمای پیک) و از  $2050^\circ\text{C}$  در  $T_2$  با زمان نگهداری ۷ ساعت استفاده گردید. آنها رشد دانه زیادی را در روش سینتر رایج مشاهده کردند در حالی که در روش TSS-CW اندازه دانه تقریباً به صورت ثابت ۳۰ میکرومتر بود. مقادیر بدست آمده برای دانسیته نسبی به ترتیب ۹۷ درصد و ۹۷/۷ درصد دانسیته تئوری ( $\text{TD}: 3.2\text{gr}/\text{cm}^3$ ) بود. نویسندگان نتیجه گرفتند TSS-CW با حصول یک چگالش مشابه و جلوگیری از رشد دانه، در دمای پایین تری ( $2050^\circ\text{C}$  در عوض  $2200^\circ\text{C}$ ) نسبت به CS انجام شد. با رجوع به خواص مکانیکی ارزیابی شده مشاهده شد که استحکام خمشی از کاهش اندازه دانه بسیار تأثیر پذیر است، مقدار استحکام خمشی برای روش سینتر رایج، ۳۴۱ مگاپاسکال بود در حالی که مقدار آن برای TSS-CW تا ۵۵۶ مگاپاسکال افزایش یافته بود. مقادیر سختی و تافنس شکست برای دو فرآیند مشابه بودند.

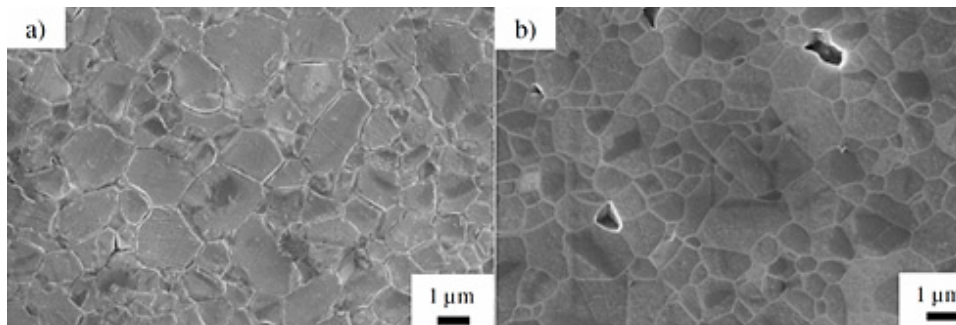
<sup>1</sup> Magnani

در پژوهشی دیگر مگنانی و همکاران [۱۲] از سه نوع پودر SiC تجاری و با استفاده از کاربرد بور و کربن به عنوان کمک سینتر برای تولید نمونه‌ها با استفاده از فشار تک محوری ۱۰۰ مگاپاسکالی و سپس عملیات CIP با فشار ۲۰۰ مگاپاسکالی و با تغییر در دماهای سینتر استفاده کردند. عملیات سینتر رایج در  $1230^{\circ}\text{C}$  و به مدت یک ساعت انجام شد این در حالی بود که TSS-CW با  $T_1=2030^{\circ}\text{C}$  و  $T_2=1980^{\circ}\text{C}$ ، به مدت ۷ ساعت انجام پذیرفت. با کاهش دادن دمای مرحله دوم از  $2050^{\circ}\text{C}$  به  $1980^{\circ}\text{C}$  نمونه‌ها با یک ریزساختار اصلاح شده شامل دانه‌های هم‌محور و مقداری دانه‌های بسیار بلند با اندازه دانه ۱۰ میکرومتر (اندازه دانه در سینتر مرسوم تقریباً ۱۰۰ میکرومتر بود) به دست آمدند. با وجود تفاوت‌های ریزساختاری، نمونه‌های تحت سینتر رایج و TSS-CW دانسیته‌های نسبی بسیار نزدیک به هم به ترتیب از  $98/6\%$  درصد و  $98/4\%$  درصد دانسیته تئوری را نشان دادند. نتایج عددی بهتری با استفاده از دمای سینتر پایین‌تر برای تقویت SiC یافت شد. مقادیر استحکام خمشی ( $10 \pm 530 \text{ MPa}$ ) نسبت به نمونه‌هایی که با سینتر رایج سینتر شده بودند ( $12 \pm 480 \text{ MPa}$ ) بالاتر بود. به علاوه مقادیر بالاتر استحکام خمشی مشابه با مقادیر یافت شده در روش‌های سینتر پیچیده و گران همچون پرس گرم و SPS بود.

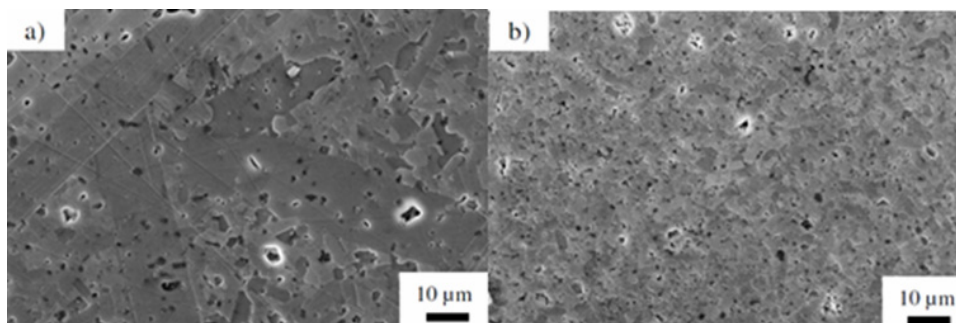
جدول ۲- مولفه‌های سینتر مواد مورد ارزیابی [۱۲]

Sample	Powder	Sintering mechanism	Conventional sintering [ $^{\circ}\text{C}$ ]	Two-step sintering		Sintered Density [%T.D.]
				$T_1$ [ $^{\circ}\text{C}$ ]	$T_2$ [ $^{\circ}\text{C}$ ]	
CS-LPS	Densitec L	Liquid-phase	1930			98.2
TSS-LPS	Densitec L	Liquid-phase		1875	1815	97.7
CS-SS	Densitec 15C	Solid-state	2130		-	98.6
TSS-SS	Densitec 15C	Solid-state		2030	1980	98.4
CS-SSBC	UF15+B <sub>4</sub> C	Solid-state	2200		-	96.5
TSS-SSBC	UF15+B <sub>4</sub> C	Solid-state		2100	2050	96.0

ریزساختارهای CS-LPS و TSS-LPS در شکل ۳ گزارش شده‌اند همانگونه که مشاهده می‌کنید این دو ساختارهای مشابهی را دارا هستند. تعیین اندازه دانه میانگین این تفاوت اندک را تایید می‌نماید:  $1/6$  میکرومتر برای CS-LPS و  $1/3$  میکرومتر برای TSS-LPS. به علاوه CS-LPS و TSS-LPS دانسیته سینتر مشابهی را نشان دادند (جدول ۲) که مرحله دوم روش TSS در دمایی پایین‌تر نسبت به CS انجام شد که منجر به چگالش نهایی مشابه و رشد دانه محدود شد.



شکل ۳- ریزساختار SiC سینتر شده در فاز مایع به دست آمده به وسیله (a) سینتر رایج (CS-LPS) و (b) سینتر دو مرحله‌ای (TSS-LPS)



شکل ۴- ریزساختار SiC سینتر شده حالت جامد بدست آمده بوسیله (a) سینتر رایج (CS-SS) و (b) سینتر دو مرحله‌ای (TSS-SS)

همانگونه که در شکل ۴ قابل مشاهده است اثر سودمند روش سینتر دومرحله‌ای بر ریزساختار در سینتر حالت جامد بسیار محسوس‌تر است. در واقع CS-SS یک رشد دانه شتابان با دانه‌هایی با نسبت ابعادی بالا و طول بیش از ۱۰۰ میکرومتر هنگامی که TSS-SS از دانه‌های هم محور با برخی دانه‌های طولی با طول حدود ۱۰ میکرومتر تشکیل شده است.

#### ۴- نتیجه‌گیری

سینتر مواد سرامیکی به وسیله‌ی کنترل منحنی سینتر یک روش ساده، موثر و مرقوم به صرفه جهت اصلاح ریزساختار است بنابراین روش سینتر دو مرحله‌ای برای بدست آوردن قطعات با دانسیته بالا و اندازه دانه‌ی کوچک‌تر می‌باشد. ویژگی‌های پودر آغازین همچون اندازه ذره، فرآیند قالب‌گیری، همگنی ریزساختاری و مقدار حفرات بدنه خام اثرات چشمگیری بر موفقیت روش سینتر دو مرحله‌ای دارند. کاهش اندازه دانه با یک چگالش مشابه این اجازه را به ما می‌دهد تا مواد با خواص بهبودیافته خصوصاً خواص مکانیکی به دست آیند. روش سینتر دومرحله‌ای به طور غیرمستقیم این خواص را بهبود می‌بخشد. روش سینتر دو مرحله‌ای یک روش کنترل مؤثر ریزساختار در قیاس با بیش‌تر فرآیندهای گران‌قیمت همچون SPS است. در سینتر دومرحله‌ای توسعه‌یافته به وسیله‌ی آقایان چن و وانگ (TSS-CW) کاهش دمای مرحله اول ( $T_1$ ) و مرحله دوم ( $T_2$ ) با وجود اینکه زمان نگهداری طولانی‌تر در  $T_2$  به ما این اجازه را می‌دهد تا در مقایسه با زینتر رایج با دانسیته مشابه اندازه دانه‌های کوچک‌تر به دست آید.

#### مراجع

- [1] F. J. T. Lin, L. C. Jonghe, and M. N. Rahaman, "Microstructure Refinement of Sintered Alumina by a Two-Step Sintering Technique," J. Am. Ceram. Soc., vol. 80, no. 9, pp. 2269–2277, Jan. 2005.
- [2] M. J. Mayo, "Processing of nanocrystalline ceramics from ultrafine particles," Int. Mater. Rev., vol. 41, no. 3, pp. 85–115, Jan. 1996.
- [3] P. Press and N. York, "RATE CONTROLLED SINTERING REVISITED H. Palmour III and T. M. Hare Department of Materials Engineering North Carolina State University In a number of papers published since the mid-1960's, I-HO Palmour and co-workers have gradually developed the unde," pp. 17–34, 1987.
- [4] M. Chu, L. C. De Jonghe, M. K. F. Lin, and F. J. T. Lin, "Precoarsening to Improve Microstructure and Sintering of Powder Compacts," vol. 11, pp. 2902–2911, 1991.
- [5] I. W. Chen and X. H. Wang, "Sintering dense nanocrystalline ceramics without final-stage grain growth," Nature, vol. 404, no. 6774, pp. 168–171, 2000.
- [6] J.-L. Huang, L.-M. Din, H.-H. Lu, and W.-H. Chan, "Effects of two-step sintering on the microstructure of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>," Ceram. Int., vol. 22, no. 2, pp. 131–136, Jan. 1996.
- [7] F. J. T. Lin, L. C. De Jonghe, and M. N. Rahaman, "Initial Coarsening and Microstructural Evolution of Fast-Fired and MgO-Doped Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>," J. Am. Ceram. Soc., vol. 80, no. 11, pp. 2891–2896, 1997.
- [8] E. Sato and C. Carry, "Effect of powder granulometry and pre-treatment on sintering behavior of submicron-grained  $\alpha$ -alumina," J. Eur. Ceram. Soc., vol. 15, no. 1, pp. 9–16, Jan. 1995.
- [9] Y.-I. Lee, Y.-W. Kim, M. Mitomo, and D.-Y. Kim, "Fabrication of Dense Nanostructured Silicon Carbide Ceramics through Two-Step Sintering," J. Am. Ceram. Soc., vol. 86, no. 10, pp. 1803–1805, Oct. 2003.
- [10] Y.-I. Lee, Y.-W. Kim, and M. Mitomo, "Effect of processing on densification of nanostructured SiC ceramics fabricated by two-step sintering," J. Mater. Sci., vol. 39, no. 11, pp. 3801–3803, Jun. 2004.
- [11] Magnani, G., Brentari, A., Buresi, E. and Raiteri, G., 2014. Pressureless sintered silicon carbide with enhanced mechanical properties obtained by the two-step sintering method. Ceramics International, 40(1), pp.1759-1763.
- [12] G. Magnani, G. Sico, and A. Brentari, "Two-Step Pressureless Sintering of Silicon Carbide-Based Materials," Adv. Sci. Technol., vol. 89, no. 11, pp. 70–75, Oct. 2014.